

**Министерство образования и науки Российской Федерации**  
федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт Неразрушающего Контроля

Направление подготовки Приборостроение

Кафедра Точного Приборостроения

**МАГИСТЕРСКАЯ ДИССЕРТАЦИЯ**

Тема работы	
<b>Анализ микроструктуры и напряженного состояния композиционных материалов с алюминиевой матрицей</b>	

УДК 620.179.1

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4Н	Мишурова Татьяна Александровна		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой ТПС	Бориков Валерий Николаевич	Доктор технических наук, доцент		

**КОНСУЛЬТАНТЫ:**

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Спицын Владислав Владимирович	Кандидат экономических наук		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Панин Владимир Филиппович	Доктор технических наук		

**ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:**

Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Точного Приборостроения	Бориков Валерий Николаевич	Доктор технических наук, доцент		

Томск – 2016 г.

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
P1	<b>Способность</b> совершенствовать и повышать свой интеллектуальный и общекультурный уровень и специальные знания в области математических, естественных, гуманитарных и экономических наук в комплексной инженерной деятельности на основе целостной системы научных знаний об окружающем мире;
P2	<b>Способность</b> адаптироваться к новым ситуациям, переоценивать накопленный опыт, анализировать свои возможности в понимании сущности и значения информации в развитии современного общества, владение основными методами, способами и средствами получения, хранения, переработки информации; использование для решения коммуникативных задач современных технических средств и информационных технологий <i><b>в профессиональной области.</b></i>
P3	<b>Способность</b> использовать на практике умения и навыки в организации исследовательских и проектных работ, в управлении коллективом; эффективно работать индивидуально и в качестве члена команды, демонстрируя навыки руководства отдельными группами исполнителей; в том числе над междисциплинарными проектами, уметь проявлять личную ответственность, приверженность профессиональной этике и нормам ведения профессиональной деятельности.
P4	<b>Способность</b> к самостоятельному обучению новым методам исследования, к изменению научного и научно-производственного профиля своей профессиональной деятельности; разрабатывать самостоятельно техническую документацию; четко излагать и защищать результаты комплексной инженерной деятельности <i><b>в областях контроля качества продукции предприятий измерительной техники и точного приборостроения;</b></i> приобретать с помощью информационных технологий и использовать в практической деятельности умения непосредственно не связанных со сферой деятельности.
P5	<b>Умение</b> использовать основные законы естественнонаучных дисциплин, методы математического анализа и моделирования, основы теоретического и экспериментального исследования в комплексной инженерной деятельности при разработке средств измерения и контроля, используя стандартные пакеты и средства автоматизированного проектирования в приборостроении.
P6	<b>Умение</b> профессионально эксплуатировать современное оборудование и приборы в соответствии с целями магистерской программы, организовывать технологическую подготовку производства приборных систем различного назначения и принципа действия, разрабатывать и внедрять новые технологические процессы

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
	с использованием гибких САПР и оценивать их экономическую эффективность и инновационные риски при их внедрении.
P7	<b>Способность</b> проектировать приборные системы и технологические процессы с использованием средств САПР и опыта разработки конкурентоспособных изделий; осуществлять проектную деятельность в профессиональной сфере на основе системного подхода.
P8	<b>Умение</b> разрабатывать методики проведения теоретических и экспериментальных исследований по анализу, синтезу и оптимизации методов измерения контроля и диагностики, используемых в приборостроении; способность разработать и проводить оптимизацию натурных экспериментальных исследований приборных систем с учётом критериев надёжности; использовать результаты научно-исследовательской деятельности и пользоваться правами на объекты интеллектуальной собственности.
P9	<b>Умение</b> организовывать современное метрологическое обеспечение технологических процессов производства приборных систем и разрабатывать новые методы контроля качества выпускаемой продукции и технологических процессов; решать экономические и организационные задачи технологической подготовки приборных систем и выбирать системы обеспечения экологической безопасности в производстве и при технологическом контроле.
P10	<b>Способность</b> проектировать математические модели анализа и оптимизации объектов исследования, выбирать численные методы их моделирования или разработать новый алгоритм решения задачи; выбирать оптимальные методы и программы экспериментальных исследований и испытаний, проводить измерения с выбором современных технических средств и обработкой результатов измерений.
P11	<b>Способность</b> формулировать цели, определять задачи, выбирать методы исследования в области приборостроения на основе подбора и изучения литературных и патентных и других источников; разрабатывать методические и нормативные документы, техническую документацию на объекты приборостроения, а также осуществлять системные мероприятия по реализации разработанных проектов и программ; составлять научно-технические отчеты, обзоры, публикации по результатам исследовательской деятельности

**Министерство образования и науки Российской Федерации**  
федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Институт Неразрушающего Контроля  
Направление подготовки Приборостроение  
Кафедра Точного приборостроения

УТВЕРЖДАЮ:  
Зав. кафедрой  
\_\_\_\_\_ Бориков В.Н.

**ЗАДАНИЕ**  
**на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

магистерской диссертации

Студенту:

Группа	ФИО
1БМ4Н	Мишуровой Татьяне Александровне

Тема работы:

Анализ микроструктуры и напряженного состояния композиционных материалов с алюминиевой матрицей

Утверждена приказом директора

№ 3203/с

Срок сдачи студентом выполненной работы:

05.06.2016 г.

**ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:**

<b>Исходные данные к работе</b>	<p>Объектом исследования являются 3х и 4х-фазные композиционные материалы с металлической матрицей, предмет исследования – применение компьютерной томографии и нейтронной дифракции для анализа микроструктуры и механических свойств материалов.</p> <p>Цель исследования - анализ микроструктуры и механических свойств композиционных материалов с алюминиевой матрицей.</p> <p>Ожидаемые результаты: измерить и проанализировать с помощью синхротронной компьютерной томографии: объемные доли каждой составляющей материала и их зависимость от термической обработки, возможные производственные дефекты, для образцов после теста на сжатия-объемную долю повреждений и их вид (трещины, поры, расслоения) в зависимости от ориентации плоскости волокон оксида алюминия; с помощью метода нейтронной дифракции - анализ распределения нагрузки между фазами трехфазного композита и ее взаимосвязь с микроструктурой.</p>
<b>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</b>	<p>Композиционные материалы с металлической матрицей</p> <p>Синхротронная компьютерная томография</p> <p>Нейтронная дифракция как метод измерения напряженного состояния материала</p> <p>Реконструкция объема из измеренных проекций</p> <p>Сегментация данных из реконструированного объема</p> <p>Анализ повреждений, полученных материалом после испытания на сжатие</p> <p>Анализ распределения частиц и повреждений по размеру</p> <p>Анализ распределения нагрузки между фазами материала</p> <p>Выявление взаимосвязи между микроструктурой и распределением нагрузки</p> <p>SWOT-анализ</p> <p>План проекта</p> <p>Бюджет научного исследования</p>

	<i>Реестр рисков проекта</i> <i>Анализ выявленных вредных проявлений факторов производственной среды</i> <i>Анализ выявленных опасных проявлений факторов производственной среды</i> <i>Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности</i>
<b>Перечень графического материала</b>	Презентация Power Point
<b>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</b>	
<b>Раздел</b>	<b>Консультант</b>
Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение	Спицын Владислав Владимирович
Социальная ответственность	Панин Владимир Филиппович
<b>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</b>	
<b>1. Обзор литературы</b>	
<b>3. Материалы и методы исследования</b>	

<b>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</b>	
---	--

**Задание выдал руководитель:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Заведующий кафедрой ТПС	Бориков Валерий Николаевич	Доктор технических наук, доцент		

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4Н	Мишурова Татьяна Александровна		

# ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «ФИНАНСОВЫЙ МЕНЕДЖМЕНТ, РЕСУРСОЭФФЕКТИВНОСТЬ И РЕСУРСОСБЕРЕЖЕНИЕ»

Студенту:

Группа	ФИО
1БМ4Н	Мишуровой Татьяне Александровне

Институт	Неразрушающего контроля	Кафедра	Точного приборостроения
Уровень образования	Магистр	Направление/специальность	Приборостроение

## Исходные данные к разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»:

1. Стоимость ресурсов научного исследования (НИ): материально-технических, энергетических, финансовых, информационных и человеческих	1. Зарплата научного сотрудника ВАР по TVöD E13
--	---

## Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Потенциальные потребители результатов исследования
2. SWOT-анализ
3. Цели и результат проекта
4. Организационная структура проекта
5. План проекта
6. Бюджет НИИ
7. Реестр рисков НИИ

## Перечень графического материала:

1. «Портрет» потребителя результатов НИИ
2. Матрица SWOT
3. Календарный план проведения НИИ
4. Диаграмма Ганта
5. Бюджет НИИ
6. Реестр рисков НИИ

## Дата выдачи задания для раздела по линейному графику

### Задание выдал консультант:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Спицын Владислав Владимирович	Кандидат экономических наук		

### Задание принял к исполнению студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4Н	Мишурова Татьяна Александровна		

## ЗАДАНИЕ ДЛЯ РАЗДЕЛА «СОЦИАЛЬНАЯ ОТВЕТСТВЕННОСТЬ»

Студенту:

Группа	ФИО
1БМ4Н	Мишуровой Татьяне Александровне

Институт	Неразрушающего контроля	Кафедра	Точного приборостроения
Уровень образования	Магистр	Направление	Приборостроение

### Исходные данные к разделу «Социальная ответственность»:

1. Описание рабочего места (рабочей зоны, технологического процесса, механического оборудования) на предмет возникновения:

- 1.1. вредных проявлений факторов производственной среды (метеопараметры, вредные вещества, освещение, шумы, вибрации, электромагнитные поля, ионизирующие излучения)
- 1.2. опасных проявлений факторов производственной среды (механической природы, термического характера, электрической, пожарной и взрывной природы)
- 1.3. негативного воздействия на окружающую природную среду (атмосферу, гидросферу, литосферу)
- 1.4. чрезвычайных ситуаций (техногенного, стихийного, экологического и социального характера)

Рабочее место находится в корпусе №60 Федерального института исследования и испытания материалов (Берлин, Германия). Необходимо поддержание: 1.1. Нормативных метеопараметров, качества воздушной среды, освещения, шума и ЭМП; 1.2. Нормативных мер обеспечения электро- и пожаробезопасности. 1.3. Использование ПЭВМ. 1.4. Наиболее вероятные ЧС: загорания (пожары).

2. Ознакомление с законодательными и нормативными документами по теме и отбор их.

ГОСТ 12.0.003-74 «ОПБ»;  
ГОСТ 12.1.003-83 «Шум. Общие требования безопасности»;  
ГОСТ 12.1.01290 «Вибрационная безопасность»; ГОСТ 12.1.005-88 «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны»;  
ПУЭ, утвержденный министерством энергетики России от 08.07.2002, №204, Глава 1.7.; №123-ФЗ «Технический регламент о требованиях пожарной безопасности»;  
Постановление Правительства РФ от 03.09.2010 №681; Постановление Администрации г. Томска от 11.11.2009 №1110 (с изменениями от 24.12.2014).

### Перечень вопросов, подлежащих исследованию, проектированию и разработке:

1. Анализ выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:

- 1.1. физико-химическая природа вредности, её связь с разрабатываемой темой;
- 1.2. действие фактора на организм человека;
- 1.3. приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ);
- 1.4. предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства)

Обоснование выявленных вредных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:

- Ненормативные метеопараметры
- Ненормативное освещение
- Шум
- приведение допустимых норм с необходимой размерностью (со ссылкой на соответствующий нормативно-технический документ);
- предлагаемые средства защиты (сначала коллективной защиты, затем – индивидуальные защитные средства)

<p>2. Анализ выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности</p> <p>2.1.механические опасности (источники, средства защиты);</p> <p>2.2.термические опасности (источники, средства защиты);</p> <p>2.3.электробезопасность (в т.ч. статическое электричество, молниезащита – источники, средства защиты);</p> <p>2.4.пожаровзрывобезопасность (причины, профилактические мероприятия, первичные средства пожаротушения)</p>	<p>Обоснование выявленных опасных факторов проектируемой производственной среды в следующей последовательности:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- электрический ток</li> <li>- возможность возникновения пожара</li> <li>- Определение степени опасности (обоснование)</li> </ul> <p>СКЗ, СИЗ</p>
<p>3. Охрана окружающей среды:</p> <p>3.1.защита селитебной зоны</p> <p>3.2.анализ воздействия объекта на атмосферу (выбросы);</p> <p>3.3.анализ воздействия объекта на гидросферу (сбросы);</p> <p>3.4.анализ воздействия объекта на литосферу (отходы);</p> <p>3.5.разработать решения по обеспечению экологической безопасности со ссылками на НТД по охране окружающей среды.</p>	<p>По п.п.3.1.,3.2.,3.4: Люминесцентные лампы утилизируются в соответствии с Постановлением Правительства РФ от 03.09.2010 №681.По п.п.3.1.,3.2.:оценить масштабы уменьшения выбросов ЗВ от возможной экономии электроэнергии на рабочем месте. По п.3.3.: описать схему очистки коммунальных стоков. По п.3.4.: дать схему обращения твердых отходов от рабочего места. По п.3.5.: обобщить меры по защите окружающей среды</p>
<p>4. Защита в чрезвычайных ситуациях:</p> <p>4.1.перечень возможных ЧС на объекте;</p> <p>4.2.выбор наиболее типичной ЧС;</p> <p>4.3.разработка превентивных мер по предупреждению ЧС;</p> <p>4.4.разработка мер по повышению устойчивости объекта к данной ЧС.</p>	<p>Разработать мероприятия по предупреждению загораний, ожогов и электропоражений и мер по ликвидации их последствий.</p>
<p>5. Правовые и орг. вопросы обеспечения безопасности:</p> <p>5.1.орг. мероприятия при компоновке рабочей зоны</p>	<p>Привести перечень ГОСТ СНиПов использованных в работе</p>
<b>Перечень графического и инструктивного материалов:</b>	
<p>Обязательные графические материалы к расчётам по заданию (обязательно для специалистов и магистров).</p>	<p>План эвакуации</p>

<b>Дата выдачи задания для раздела по линейному графику</b>	
---	--

**Задание выдал консультант:**

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Профессор	Панин Владимир Филиппович	Доктор технических наук		

**Задание принял к исполнению студент:**

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4Н	Мишурова Татьяна Александровна		



## РЕФЕРАТ

Выпускная квалификационная работа содержит 125 страниц, 38 рисунков, 25 таблиц, 33 источников, 5 приложений.

Ключевые слова: синхротронная компьютерная томография, нейтронная дифракция, композиционные материалы с металлической матрицей, испытание на сжатие, анализ распределения нагрузки.

Объектом исследования являются 3х и 4х-фазные композиционные материалы с металлической матрицей, предмет исследования – применение компьютерной томографии и нейтронной дифракции для анализа микроструктуры и механических свойств материалов.

Цель исследования - анализ микроструктуры и механических свойств композиционных материалов с алюминиевой матрицей.

Задачи исследования: измерить и проанализировать с помощью синхротронной компьютерной томографии: объемные доли каждой составляющей материала и их зависимость от термической обработки, возможные производственные дефекты, для образцов после теста на сжатие – объемную долю повреждений и их вид (трещины, поры, расслоения) в зависимости от ориентации плоскости волокон оксида алюминия; с помощью метода нейтронной дифракции произвести анализ распределения нагрузки между фазами трехфазного композита и ее взаимосвязь с микроструктурой.

В процессе исследования проводились: синхротронная компьютерная томография, реконструкция объема из проекций, сегментация составляющих материалов из объема образцов с помощью программного обеспечения, подсчет объемной доли, анализ распределение частиц и повреждений по размеру, визуализация сегментированных объемов, испытание на сжатие одновременно с нейтронной дифракцией, подсчет напряжений, анализ распределения нагрузки.

## **Оглавление**

<b>Введение</b>	14
<b>1. Обзор литературы</b>	15
1.1 Материалы	15
1.1.1 Al и Al-Si сплавы	15
1.1.2. Композиционные материалы с металлической матрицей	17
1.1.3 Микроструктура и механические свойства КММ	18
1.2 Компьютерная томография	20
1.2.1 Рентгеновская компьютерная томография	20
1.2.2 Синхротронная томография	21
1.3 Характеристика остаточных напряжений и напряженного состояния материалов	22
1.3.1 Определение остаточных напряжений	22
1.3.2 Нейтронная дифракция	24
<b>2. Предварительная работа</b>	26
<b>3. Материалы и методы исследования</b>	27
3.1. Материалы	27
3.2 Синхротронная томография	29
3.3 Определение механических свойств материалов	31
3.3.1 Испытание на сжатие	31
3.3.2 Анализ распределения нагрузки	32
3.3.2.1 Экспериментальный инструмент ЕЗ	32
3.3.2.2 Испытание на сжатие одновременно с измерением деформаций метод нейтронной дифракции	32
3.3.2.3 Подсчет ошибки измерений	34
<b>4. Результаты исследования</b>	35

4.1. Характеристика микроструктуры материалов до и после термической обработки	35
4.2 Испытания на сжатие	43
4.3 Характеристика повреждений после испытания на сжатие	45
4.3.1 Композиционный материал Тип 1: Al12SiNiCuMg + 15% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	45
4.3.2 Композиционный материал Тип 2: Al12SiNiCuMg + 7% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 15% SiC	51
4.4 Анализ образование повреждения в материалах после испытании на сжатие	55
4.5 Анализ распределения нагрузки	56
<b>5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</b>	61
5.1 Предпроектный анализ	61
5.1.1 Потенциальные потребители результатов исследования	61
5.1.2. Анализ конкурентных технических решений и оценка готовности проекта к коммерциализации	62
5.1.3 SWOT-анализ	63
5.2 Инициация проекта	66
5.2.1 Цели и результат проекта	66
5.2.2 Организационная структура проекта	67
5.3 План проекта	68
5.3.1 Бюджет научного исследования	69
5.3.1.1 Сырье, материалы, покупные изделия и полуфабрикаты (за вычетом отходов)	69
5.3.1.2 Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ	70
5.3.1.3 Основная заработная плата	71

5.3.1.4 Расчет дополнительной заработной платы	73
5.3.1.5 Расчет отчислений на социальные нужды	73
5.3.1.6 Расчет накладных расходов	74
5.3.2 Реестр рисков проекта	74
<b>6. Социальная ответственность</b>	77
6.1 Описание рабочего места	77
6.2 Анализ выявленных вредных проявлений факторов производственной среды	78
6.2.1 Метеоусловия	78
6.2.2 Производственный шум	80
6.2.3 Освещенность	81
6.2.4 Ионизирующее излучение	82
6.3 Анализ выявленных опасных проявлений факторов производственной среды	84
6.3.1 Факторы электрической природы	84
6.3.2 Факторы пожарной и взрывной природы	85
6.4 Охрана окружающей среды	85
6.5 Защита в чрезвычайных ситуациях	89
6.5.1 Действие при взрывах и возгораниях	89
6.5.2 Мероприятия по предупреждению взрывов и возгораний	90
6.5.3 Мероприятия по предупреждению поражения электрическим током	91
6.6 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности. Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны	92
<b>Заключение</b>	94
<b>Список публикаций</b>	95
<b>Список используемой литературы</b>	96

<b>Приложение А</b>	99
<b>Приложение Б</b>	101
<b>Приложение В</b>	102
<b>Приложение Г</b>	104
<b>Приложение Д</b>	105

## **Введение**

Композиционные материалы с алюминиевой матрицей имеют такие преимущества как легкий вес из-за невысокой плотности алюминия и высокую износостойкость из-за упрочнения керамическими волокнами. Благодаря этому материал имеет улучшенные механические свойства, такие как повышенная прочность и сопротивление ползучести.

В данной работе рассматриваются композиционные материалы с тремя (кремний, волокна оксида алюминия, матрица) и четырьмя (кремний, волокна оксида алюминия, волокна карбида кремния, матрица) составляющими. Такое количество усиливающих элементов требует подробного исследования микроструктуры и особенно повреждений, которые могут развиваться при воздействии нагрузки на материал. Компьютерная томография является эффективным инструментом для исследования микроструктуры в объеме материала, а измерение напряжений в течение нагрузки методом нейтронной дифракции поможет связать микроструктуру и механические свойства материалов.

Потенциально такие композиты могут быть использованы в авиа-, автостроении для компонентов, которым необходим легкий вес и повышенная прочность. Похожие композиты используются в данный момент для производства двигателей внутреннего сгорания. Поэтому данные материалы требуют экспериментальных исследований для построения механической модели и оценки возможности их внедрения в производство.

## 1. Обзор литературы

### 1.1. Материалы

#### 1.1.1. Al и Al-Si сплавы

Алюминий – это мягкий, ковкий и немагнитный металл, который имеет плотность примерно в три раза меньше чем сталь или медь, эта черта делает его одним из наиболее коммерчески доступных материалов. Из-за низкой плотности и высокой стойкости к коррозии алюминий широко применяется в авиа-, машиностроении. Некоторые химические и физические свойства алюминия представлены в Таблице 1.1.

Таблица 1.1 - Свойства алюминия [1].

Свойство	Величина
Атомный номер	13
Атомный вес (г/моль)	26.9
Кристаллическая структура	ГЦК
Точка плавления (°C)	660.2
Коэффициент линейного расширения (0-100°C) ( $\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ )	23.5
Электрическое сопротивление 20°C ( $\Omega\cdot\text{см}$ )	2.7
Плотность (г/см <sup>3</sup> )	2.7
Модуль Юнга (ГПа)	68.3
Коэффициент Пуассона	0.34

Кремний один из наиболее распространенных легирующих элементов в алюминиевых сплавах. Его наличие добавляет текучести во время литья или сварки, а также хорошие механические свойства в связи с образованием компонентов, позволяющих создавать термически упрочняемый сплав [2]. Рисунок 1.1 показывает фазовую диаграмму для системы Al-Si.

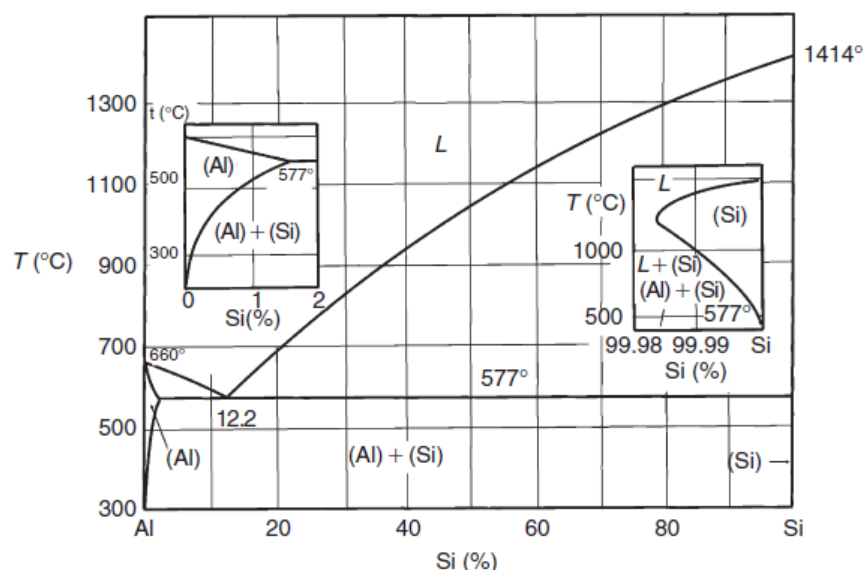


Рисунок 1.1 – Фазовая диаграмма для сплавов Al-Si [3].

Однако алюминиевый сплав с добавлением только кремния не является термически упрочняемым, но добавление магния и меди делает его восприимчивым к закалке и старению. Также кремний добавляется к алюминиевому сплаву для образования эвтектической системы. Эвтектика определяет многие свойства сплава, поэтому общая концентрация кремния может быть разделена на две части: содержание кремния в алюминиевой матрице и содержание кремния в качестве дополнительной фазы/частиц [3].

В настоящее время сплавы Al-Si используются в двигателях внутреннего сгорания. Температура газа внутри может достигать  $300\text{--}400^{\circ}\text{C}$  с разницей температур  $\Delta T = 220^{\circ}\text{C}$ , появляющейся в течение каждого цикла. Амплитуда температуры во время запуска достигает  $300^{\circ}\text{C}$ , поэтому температурная прочность и сопротивление к усталости важные требования для таких материалов [4].



### 1.1.2. Композиционные материалы с металлической матрицей

Композиционные материалы с металлической матрицей (КММ) – это материалы в которых одна составляющая является металлической матрицей, а другие связаны с матрицей и играют роль армирующей фазы [5].

КММ широко используются для создания объектов, которым требуется высокая износостойкость, устойчивость к усталости и ползучести при высоких температурах в комбинации с легким весом конструкции. Данный материал дает возможность создания большого количества материалов с разными свойствами, комбинируя различные сплавы, матрицы и агрегирующие наполнители.

Рисунок 1.2 показывает карту Эшби, отображающую сравнение разных групп материалов в зависимости от отношения их прочности и плотности. Композиционные материалы с алюминиевой матрицей имеют относительно высокое значение прочности к плотности. Особенно, они показывают высокую износостойкость при комбинации с керамическими армирующими волокнами.

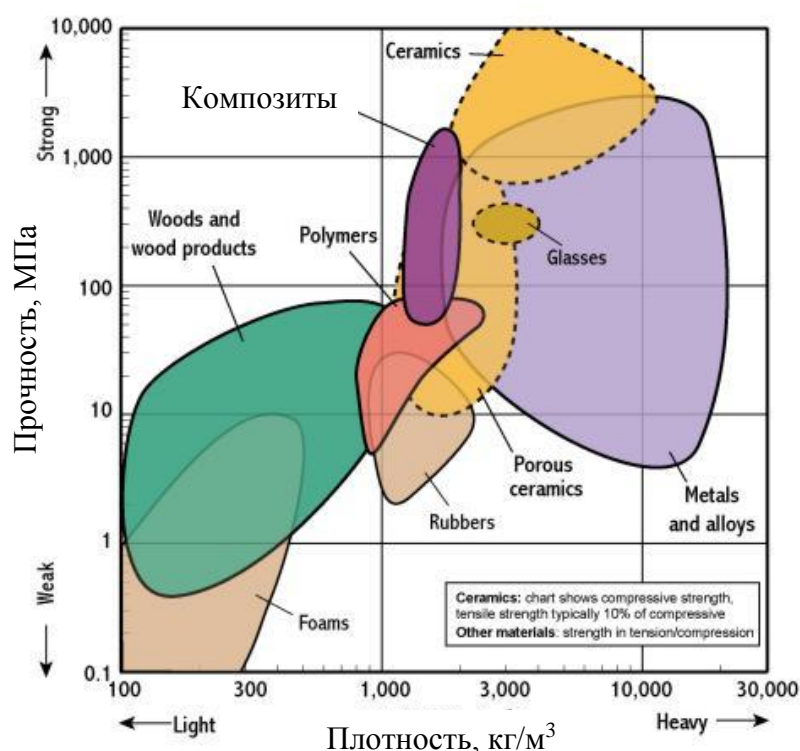


Рисунок 1.2 – Карта Эшби для отношения прочности к плотности для различных групп материалов [8].

### 1.1.3. Микроструктура и механические свойства КММ

Механические и физические свойства КММ зависят от влияния свойств армирующих волокон и пространственного распределения всех составляющих КММ [9]. В этом случае, КММ могут быть классифицированы на две группы в соответствии с армирующими элементами: непрерывно армированные и армированные коротким упрочняющим волокном. Добавление твердых керамических частиц увеличивает предел прочности на разрыв (Рис. 1.3а) и жесткость (Рис. 1.3б), но уменьшает вязкость материала. В то время как добавление частиц графита, являющихся более мягкими по сравнению с матрицей, уменьшает прочность и вязкость композита.

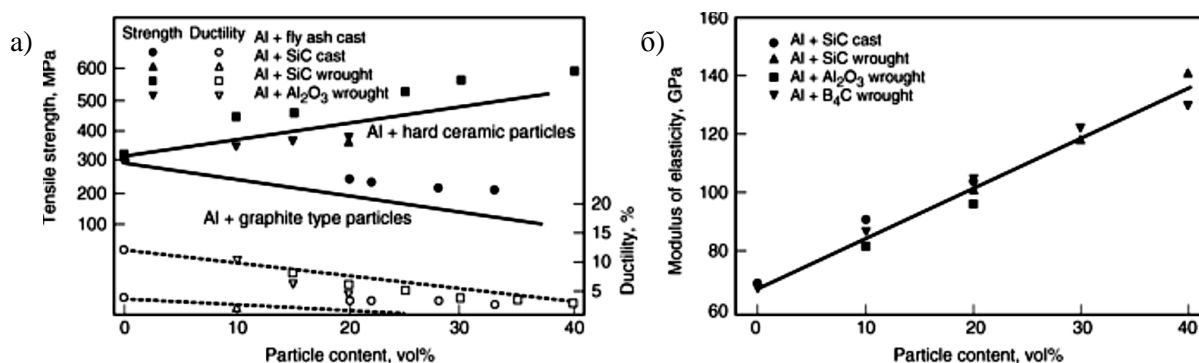


Рисунок 1.3 – Эффект от добавления армирующих частиц на свойства композитов с алюминиевой матрицей: а) прочность (strength) и ковкость (ductility), б) модуль Юнга [6].

Исследование КММ, армированных 10-20% коротких волокон оксида алюминия, с алюминиево-кремниевой матрицей было начато Dr. Requena и другими [3,4,8,10,11-14]. Их результаты показывают, что эвтектический кремний образует объемную связанную структуру [9], которая придает дополнительную прочность материалу и может играть важную роль в механических характеристиках. Добавление волокон оксида алюминия или частиц карбида кремния к матрице улучшает становление этой кремниевой структуры: эвтектика формирует «мосты» между волокнами (Рис. 1.4), таким образом, связывая всю структуру материала. Это ведет к увеличению устойчивости под нагрузкой и

уменьшению скорости ползучести [11]. Однако, в течение термической обработки, вблизи точки эвтектики, связь между кремнием теряется, и частицы кремния становятся сферическими [9]. Также добавление в сплав матрицы Ni, Cu, Mg улучшает образование интерметаллических частиц, которые действуют как армирующая фаза.

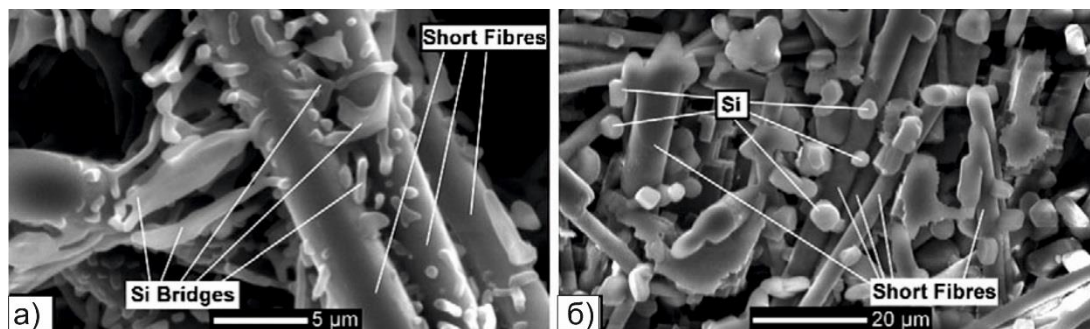


Рисунок 1.4 – Мосты кремния (Si Bridges), связывающие короткие волокна (short fibres)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : а)  $\text{AlSi12}/\text{Al}_2\text{O}_3$  без термической обработки, б)  $\text{AlSi12}/\text{Al}_2\text{O}_3$  после термической обработки [9].

Хотя КММ имеют множество преимуществ, они имеют ограничения связанные с их хрупкостью и тенденции к образованию трещин на границе между матрицей и волокнами [12]. Внутренние повреждения зависят от направления прикладываемой нагрузки к плоскости волокон. Пластическая деформация КММ, армированных короткими волокнами находится под влиянием двух механизмов:

- 1) Распределением нагрузки от матрицы к волокнам;
- 2) Внутренние повреждения, уменьшающие устойчивость к нагрузке волокон, в виде трещин, изгибов и отслоений волокон от матрицы.

## 1.2. Компьютерная томография

### 1.2.1. Рентгеновская компьютерная томография

Компьютерная томография (КТ) – это технология неразрушающего контроля, которая позволяет исследовать микроструктуру объекта в объеме, получаемого из серии радиографических проекций образца. С помощью КТ могут быть изучены внутренние дефекты, размеры, форма образца [16].

В течение взаимодействия вещества с рентгеновским излучением, интенсивность и фаза излучения меняется. Таким образом, изменяется комплексный коэффициент преломления электромагнитной волны:

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad (1)$$

где  $\delta$  – фазовый сдвиг (относится фазово-контрастной томографии),  $\beta$  – декремент затухания (относится к классической томографии) [17].

Составляющие одного материала можно различить с помощью различного поглощения рентгеновского излучения, вызванного разницей плотностей для различных веществ (линейных коэффициентов затухания). Уменьшение интенсивности излучения может быть подсчитано, используя закон Бугера-Ламберта-Бера:

$$I(y, z) = I_0 \exp \left[ - \int_0^d \mu(x, y, z) dx \right] \quad (2)$$

где  $I_0$  - начальная интенсивность,  $d$  – толщина образца,  $\mu$  - коэффициент линейного затухания.

Каждая синограмма состоит из определенного числа радиографических проекций, которые были получены с разных углов. Эти проекции используются для реконструкции образца, чтобы создать объемное изображение. Наиболее распространенный метод реконструкции – это метод отфильтрованных обратных проекций.

### 1.2.2. Синхротронная томография

Синхротронное излучение происходит в результате ускорения электронов по окружности до скорости близкой к скорости света. Диапазон длин волн синхротронного излучения широк, от ТГц и света до жесткого рентгеновского излучения (Рис. 1.5). Интенсивность фотонного излучения увеличивается с использованием различных электромагнитных элементов, например, ондулятор, поворотный магнит и вигглер [19].

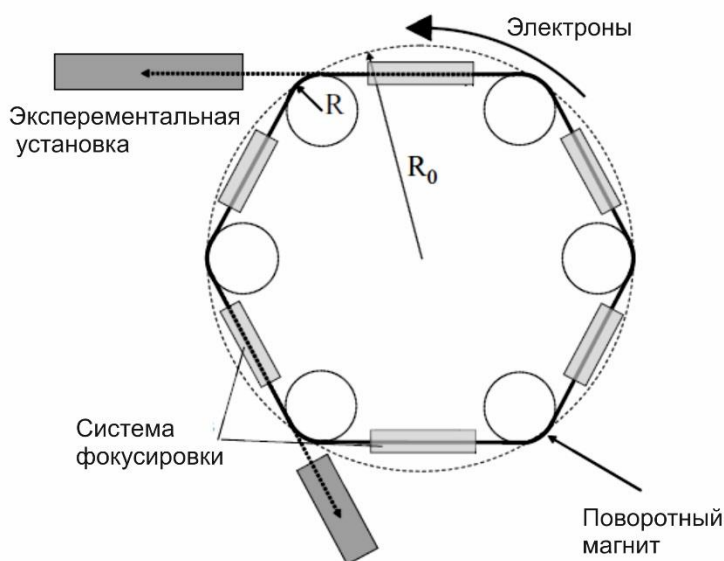


Рисунок 1.5- Схема синхротронного источника второго поколения [18].

Обычно на синхротронах находятся множество экспериментальных станций для различных видов исследований материалов. КТ – это один из основных инструментов на каждом синхротроне. Монохроматическое излучение проходит сквозь образец, затем прошедшее ослабленное излучение конвертируется в видимый свет с помощью сцинтиллятора, и каждая проекция фиксируется ПЗС-камерой. Пространственное разрешение КТ может быть увеличено при помощи линз, которые находятся между камерой и сцинтиллятором. Рисунок 1.6 показывает схематическую установку, используемую при синхротронной КТ.

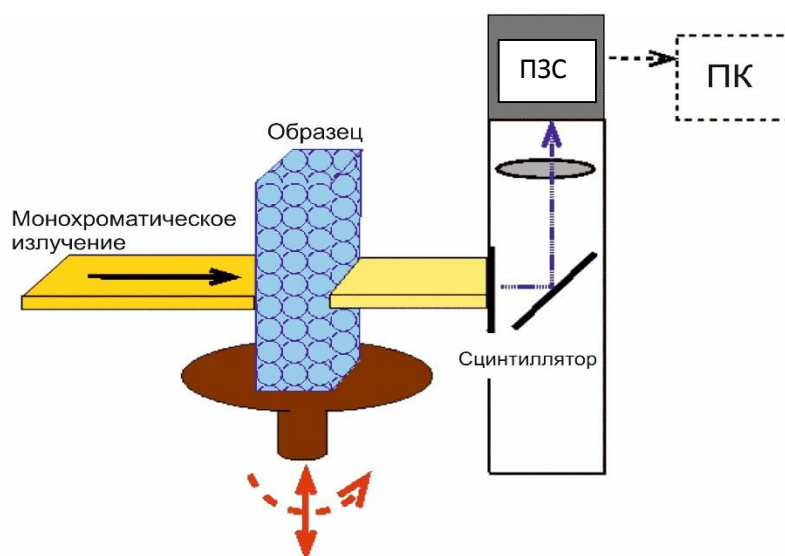


Рисунок 1.6 – Схема установки синхротронной КТ.

В сравнении с лабораторной КТ, синхротронная КТ имеет некоторые преимущества: отсутствие артефактов увеличения жесткости излучения, а также уменьшение времени экспозиции.

### 1.3. Характеристика остаточных напряжений и напряженного состояния материалов

#### 1.3.1. Определение остаточных напряжений

Композиты содержат остаточные напряжения из-за различия в коэффициентах температурного расширения между фазами материала (локальные напряжения). Более того производство и обработка материалов также добавляют остаточные напряжения в конечный продукт (глобальные напряжения). Поэтому контроль остаточных напряжений очень важен, чтобы оценить возможности данного материала. В частности это важно для анализа влияния термической обработки на остаточные напряжения.

Внутренние напряжения могут быть разделены на три категории:

- Тип 1 – Макронапряжения. Эти напряжения действуют по длине образца, обычно их причиной является термомеханическая обработка материала.

Также важно отметить, что такие напряжения сбалансированы по объему образца:

$$\int \sigma_{ij} dV = 0 \quad (3)$$

- Тип 2 – Микронапряжения. Данные внутренние напряжения возникают из-за неоднородности материала и соотносятся по масштабу с размером неоднородности. Микронапряжения могут возникать по разным причинам, например, из-за неоднородного распределения пластической деформации, несовпадения температурных коэффициентов расширения между фазами и т.д. Условия баланса данных напряжения представлено в следующем выражении:

$$\sum_{i=1}^n f_i \sigma_{jki} = 0 \quad (4)$$

где  $\sigma_{jki}$  показывает компонент микронапряжения  $jk$  для фазы  $i$ ,  
 $f_i$  показывает объемную долю фазы  $i$ .

- Тип 3 – Микронапряжения. Эти напряжения являются наименьшими по размеру в материале (например, напряжения между зерен, напряжение в районе дислокаций).

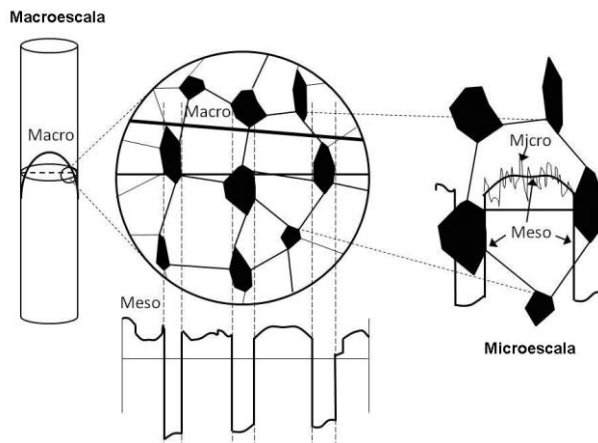


Рисунок 1.7 – Остаточные напряжения в различных масштабах материала [5].

В каждой точке образца напряженное состояние может быть описано тензором напряжений:

$$\sigma_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{12} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{13} & \sigma_{23} & \sigma_{33} \end{bmatrix} \quad (5)$$

Этот тензор симметричный и его диагональные компоненты - это нормальные составляющие напряжений, недиагональные компоненты – это напряжения сдвига. Для каждого тензора существует система координат, когда недиагональные компоненты равны нулю. В этом случае диагональные компоненты называются принципиальными напряжениями [20].

### 1.3.2. Нейтронная дифракция

Нейтронный луч, получаемый на ядерном реакторе, имеет широкий диапазон длин волн, но для многих экспериментов с использованием монохроматора выбирается только одна длина волны [21].

Нейтронная дифракция – это метод неразрушающего контроля, который помогает охарактеризовать напряженное состояние материала. Особенно этот метод подходит для изучения трехмерного напряженного состояние. Измерения в массивных образцах возможны из-за высокой проникающей способности нейтронов [22]. Более того, нейтронная дифракция не зависит напрямую от атомного номера материала как в случае с рентгеновской дифракцией, поэтому материалы с низким атомный номером могут быть также исследованы.

Закон Вульфа — Брэгга определяет условия, при которых происходит дифракция на кристаллической решетке:

$$\lambda = 2d \sin(\theta) \quad (6)$$

где  $\lambda$  —длина волны;  $d$  —период кристаллической решетки;  $\theta$  —угол дифракции.

Измерения производятся с помощью монохроматического нейтронного луча, выходящего из реактора через коллиматор, который определяют направление и размер луча (Рис. 1.8). Затем гелиевый детектор фиксирует нейтроны, которые рассеяны на определенных кристаллических плоскостях, направление рассеянного луча определяется геометрией установки и



коллиматорами. Измерения являются усредненными по измеряемому объему [20].

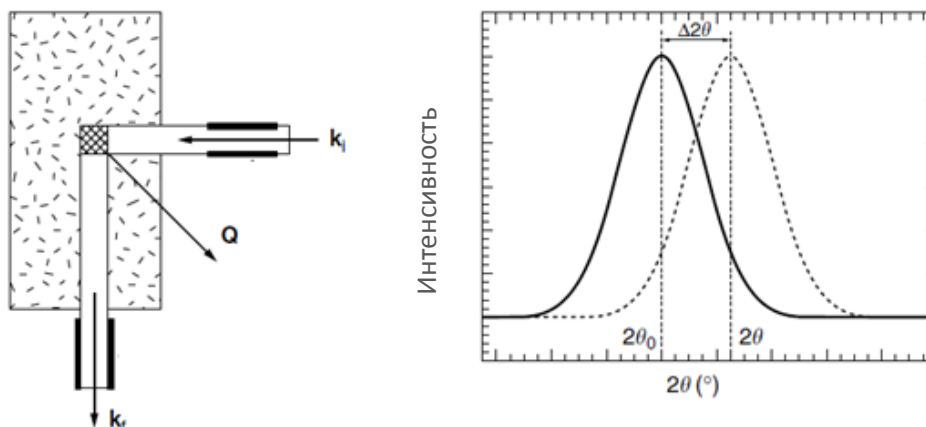


Рисунок 1.8 – Принцип измерения деформации методом нейтронной дифракции:  $k_i$  – падающий луч,  $k_f$  – рассеянный луч,  $Q$  – вектор рассеяния [24].

Для каждого измерения должна быть измерена позиция максимума в отсутствие напряжений. Поэтому важно исследовать также образец без стресса. Деформация может быть рассчитана с помощью относительного сдвига позиции пика измеряемого образца от позиции пика для образца без напряжений:

$$\varepsilon = \frac{d-d_0}{d_0} = -(\theta - \theta_0) \operatorname{ctg} \theta_0 \quad (7)$$

где  $d_0, \theta_0$  – период решетки и угол дифракции в отсутствие стресса;  $d, \theta$  – период решетки и угол в исследуемом образце.

Также необходимо отметить, что некоторые геометрические эффекты могут влиять на измерения дифракционного сигнала. Интенсивность и позиция дифракционного максимума зависит не только от внутренних напряжений, но и эффектов поглощения и позиции необходимых кристаллов в измеряемом объеме, которые выполняют условия Вульфа — Брэгга [5]. Также текстура – преобладающая ориентация зерен – может влиять на результаты и должна быть учтена при выборе геометрии контроля.

## 2. Предварительная работа

Рисунок 2.1 показывает изображения, полученные методом оптической микроскопии, вдоль продольной оси для двух композитов (Тип 1 с волокнами из оксида алюминия и Тип 2 с волокнами из оксида алюминия и карбида кремния). Различные фазы могут быть идентифицированы, основываясь на различном контрасте и морфологии.

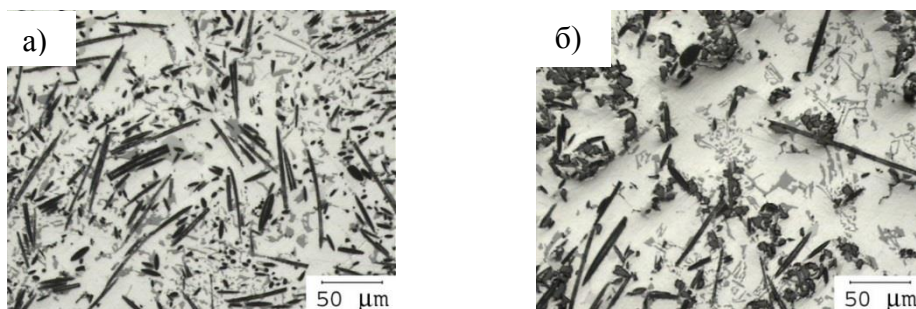


Рисунок 2.1- Оптическая микроскопия в плоскости волокон: а) Тип I АС;  
б) Тип II АС.

Сечения в двух других направлениях представлены на Рисунке 2.2, чтобы определить объемное распределение волокон. В том числе преобладающую ориентацию волокон оксида алюминия в плоскости YX.

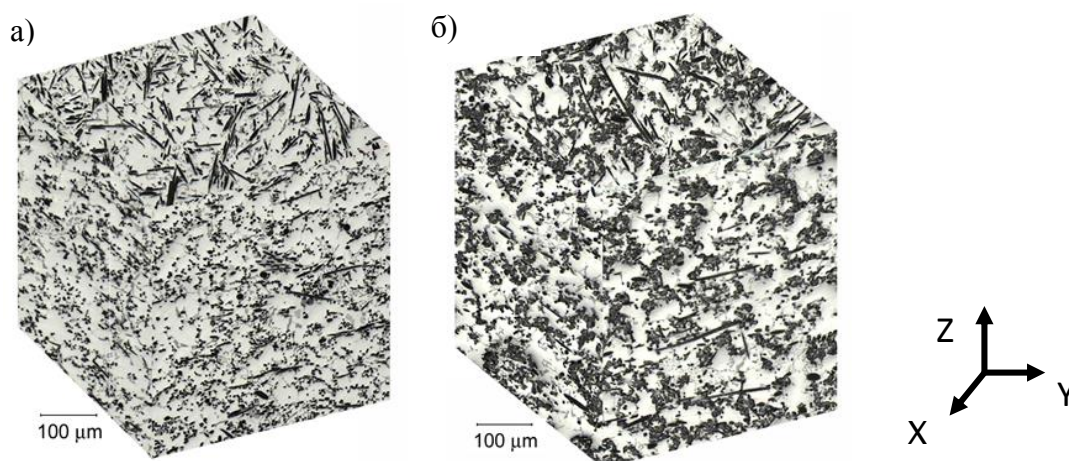


Рисунок 2.2 – Оптическая микрография в различных направлениях: а) Тип I АС,  
б) Тип II АС.

Композиты и матрица также были подвергнуты тепловой обработки 500°C в течение 20 минут и 4 часов. Изменение их микроструктуры представлено на

Рисунке 2.3. Было выявлено, что взаимосвязанность частиц эвтектического кремния уменьшается после тепловой обработки.

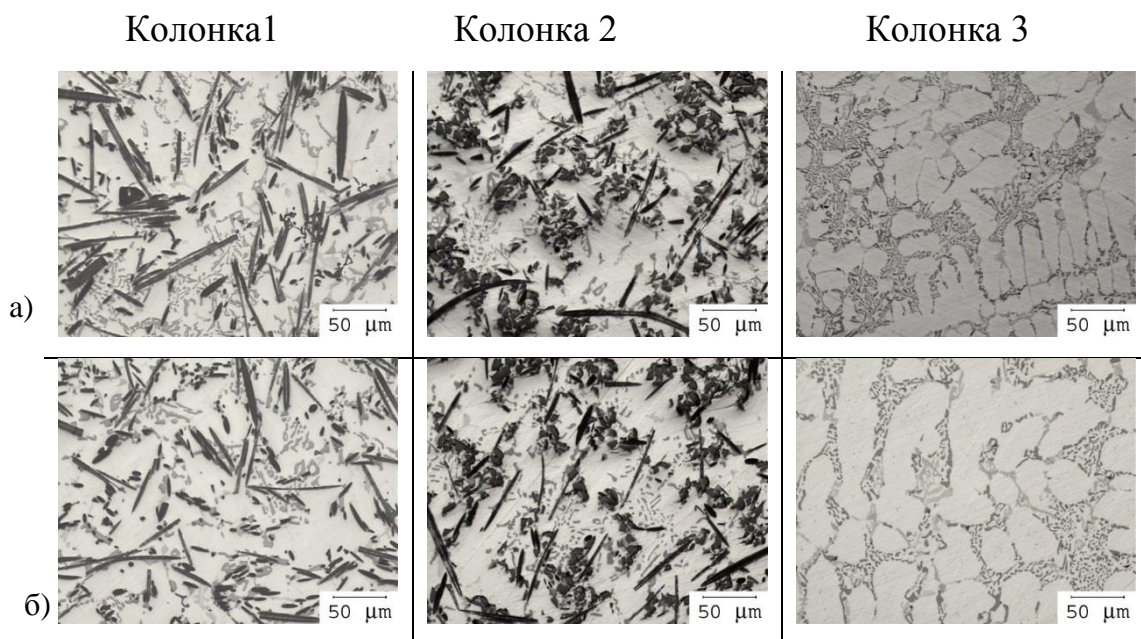


Рисунок 2.3 – Оптическая микрография в плоскости волокон: колонка 1-Тип I, колонка 2- Тип II, колонка 3-матрица после тепловой обработки: а) 20 мин; б) 4 часа.

### 3. Материалы и методы исследования

#### 3.1. Материалы

Два типа композиционных материала с металлической матрицей были исследованы в данной работе:

- Тип 1 - сплав  $\text{AlSi12CuMgNi}$  усиленный 15% волокон  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (трехфазный: алюминиевая матрица, эвтектический кремний и волокна оксида алюминия);
- Тип 2 – сплав  $\text{AlSi12CuMgNi}$  усиленный 7% волокон  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и 15% волокон  $\text{SiC}$  (четырёхфазный: алюминиевая матрица, эвтектический кремний, волокна оксида алюминия и карбида кремния).

Исследование сплава матрицы и композиционного материала типа 1 играют роль эталона для последующего сравнения с четырехфазным материалом типа 2.

Состав сплава матрицы, представленный в таблице 3.1, был определен экспериментально с помощью рентгеновской флюоресценции.

Таблица 3.1 - Состав сплава (wt%) [4]

Элемент	Al	Si	Cu	Mg	Ni	Fe	Mn	Zn	Ti
Масс. доля, [%]	Бал.	11-13	0.8-1.3	0.8-1.3	1.3	0.7	0.3	0.3	0.2

Композиционные материалы были произведены методом литья под давлением. Этот процесс основан на принудительной инфильтрации жидкого металла в заготовку с волокнами. Подвижная литейная форма давит на расплавленный метал, таким образом, принуждая его проникать в форму с волокнами. Давление и быстрый контакт металла с поверхностью заготовки приводит к быстрому отводу тепла, что позволяет получить низкопористую мелкозернистую структуру материала [6].  $Al_2O_3$  волокна с помощью конфигурации заготовки ориентированы в плоскости, в то время как SiC волокна распределены равномерно внутри объема образца.

Механические свойства каждой фазы материала представлены в таблице 3.2.

Таблица 3.2 - Механические свойства составляющих материалов [13]

	<b>Матрица</b>	<b>Si</b>	<b>Волокна <math>Al_2O_3</math></b>
Модуль Юнга, ГПа	70	150	300
Коэффициент Пуассона	0,3	0,215	0,2

Для оценки влияния тепловой обработки на микроструктуру и механические свойства, некоторые образцы претерпели тепловую обработку при 500 °C, которая была проведена в CENIM-CSIC, Мадрид в печи с постоянной температурой [9]. Номенклатура используемых образцов представлена в таблице 3.3.

Таблица 3.3 - Номенклатура использованных образцов.

Аббревиатура	Материал
(I) AC	AlSi12CuMgNi+15% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> без термической обработки
(I) TT	AlSi12CuMgNi+15% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> с термической обработкой
(II) AC	AlSi12CuMgNi+7% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +15% SiC без термической обработки
(II) TT	AlSi12CuMgNi+7%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +15% с термической обработкой

### 3.2. Синхротронная томография

Целью исследования с помощью синхротронной томографии было изучить микроструктурные особенности материалов в объеме, включая объемную долю каждой фазы, пористость и дефекты. Также необходимо исследовать влияние на микроструктуру тепловой обработки и механических испытаний. Измерения проводились на синхротроне BESSY II на экспериментальной станции *BAMline* (Hemholz Zentrum Berlin, HZB, Германия). Главные оптические элементы на этой линии – W/Si двойной многослойный монохроматор (DMM) и кремниевый кристалльный монохроматор (DCM). Схема сборки монохроматоров представлена на рисунке 4.1.

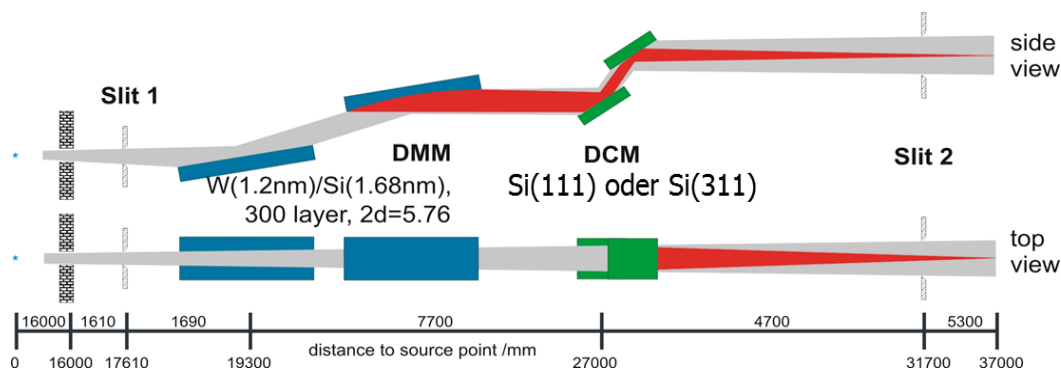


Рисунок 4.1 - Схема сборки монохроматоров на BAMline [19].

Монохроматоры могут быть использованы отдельно или одновременно. Различные энергии излучения от 5 кэВ до 90 кэВ могут быть выбраны с помощью изменения угла монохроматоров. Установка для компьютерной томографии состоит из стола для вращения и выравнивания образца и линз с двух-, четырех- и десятикратным увеличением, которые определяют пространственное разрешение. Перед началом измерений должно быть проведено точное выставление образца по трем осям и фокусировка оптической системы детектора. Помимо измерений проекций образца, также измеряется фоновый сигнал в его отсутствии. Это необходимо для коррекции артефактов, вызванных неоднородным распределением интенсивности в сечении луча.

В данной работе было запланировано определение следующих видов характеристик материалов:

- 1) Определение микроструктуры композиционных материалов АС и ТТ: объемная доля каждой фазы, морфология, ориентация и возможные дефекты при производстве;
- 2) Характеристика повреждения образцов с различной ориентацией волокон после испытания на сжатие: трещины, изгибы, отслоения волокон от матрицы.

В Таблице 3.4 представлены экспериментальные параметры синхротронной компьютерной томографии для двух экспериментов.

Таблица 3.4 - Параметры, использованные при компьютерной томографии.

Параметр	АС и ТТ	После испытания на сжатия
Энергия	30 кэВ	25 кэВ
Количество проекций	3000	2400
Время экспозиции	3 с	3 с
Расстояние образец-детектор	30 мм	30 мм
Размер вокселя	0,44 мкм	0,44 мкм



Реконструкция объемного изображения из проекций была произведена с применением программы ANKAphase [13], которая включает функции подавления фазового контраста. Процедура компенсации неоднородностей изображения была произведена, чтобы скорректировать интенсивность рентгеновского излучения, которая может меняться в течение сбора данных. Были произведены десять измерений в отсутствие образца на каждые сто измерений с образцом. Реконструированный объем имеет размер  $4008 \times 4008 \times 2672$  вокселей с размером вокселя  $(0,44 \times 0,44 \times 0,44)$  мкм<sup>3</sup>. Программное обеспечение AvizoFire было использовано для исследования микроструктуры материалы в реконструированном объеме [27].

### 3.3. Определение механических свойств материалов

#### 3.3.1. Испытание на сжатие

Механические свойства материалов было исследовано с помощью испытания на сжатие при комнатной температуре со скоростью деформации  $10^{-4} \text{ с}^{-1}$  на оборудовании Instron (CENIM-CSIC, Мадрид). Цилиндрические образцы длиной 8 мм и диаметром 4 мм были произведены, учитывая ориентацию волокон перпендикулярно или параллельно оси вращения. Рисунок 3.2 показывает образцы с обозначенной плоскостью волокон оксида алюминия и номенклатурой осей, использованной в дальнейшем.

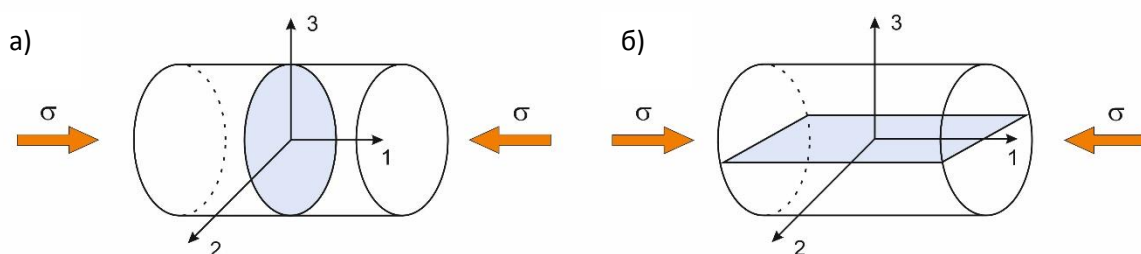


Рисунок 3.2- Цилиндрические образцы с плоскостью волокон оксида алюминия: а) перпендикулярно оси вращения (НК), б) параллельно оси вращения (FL).

### **3.3.2. Анализ распределения нагрузки**

#### **3.3.2.1. Экспериментальный инструмент ЕЗ**

Распределения нагрузки между фазами композиционных материалов было исследовано с помощью нейтронной дифракции на инструменте ЕЗ (нейтронный ректор BER II, Берлин, Германия). Дифрактометр ЕЗ был спроектирован для анализа деформаций в образцах с несложной геометрической формой.

На инструменте ЕЗ используются монохроматическое нейтронное излучение с длиной волны  $\lambda=1,476 \text{ \AA}$ . Измеряемый объем анализируемого материала определяется падающим излучением, проходящим через коллиматор, и расстоянием от образца до детектора.

#### **3.3.2.2. Испытание на сжатие одновременно с измерением деформаций методом нейтронной дифракции**

Анализ распределения нагрузки между фазами в композиционных материалах играет важную роль в понимании механических свойств материала. Он помогает исследовать напряженное состояние каждой фазы и взаимодействие между ними.

Цилиндрические образцы длиной 12мм и диаметром 6 мм были произведены для испытания на сжатие, учитывая плоскость волокон оксида алюминия (см. Рисунок 3.2). Образцы свободные от механического напряжения не были произведены, в связи с наличием нескольких фаз в материалах. Таким образом, напряжения были рассчитаны методами разницы главных напряжений и эквивалентного стресса по фон Мизесу.

Образцы были сжаты с помощью испытательной машины. Измерения главных напряжений вдоль оси вращения и радиально (учитывая симметричность цилиндрических образцов) были произведены вращением испытательной машины на  $90^\circ$  [28]. Фотографии установки и образца представлены на рисунке 3.3.



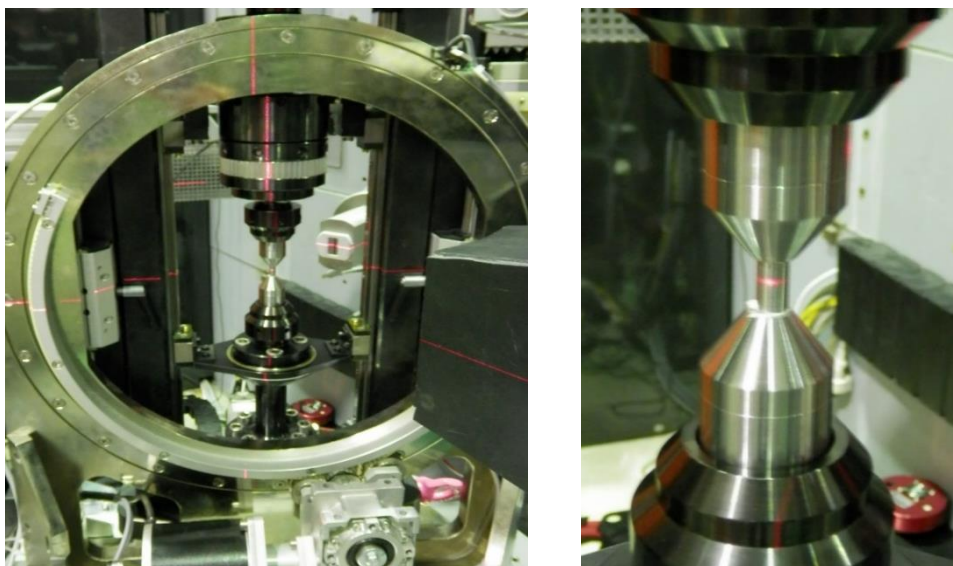


Рисунок 3.3 – Испытательная машина на сжатие и образец в вертикальном положении.

Измеряемый объем анализируемого материала, определенный коллиматорами, составил  $6 \times 3 \times 2 \text{ мм}^3$ . Измерения объемной деформации кристаллической решетки были произведены с помощью анализа пиков:  $\{311\}$  Al и  $\{422\}$  Si. Этим пикам соответствуют позиции детектора  $2\theta = 74^\circ$  для Al и  $2\theta = 83^\circ$  для Si. Время сбора информации составило 90 мин для Si и 5 минут для Al. Дифракционный пик волокон оксида алюминий не может быть определен с помощью дифракции из-за нанокристаллической структуры данных волокон. Однако, напряжения были рассчитаны для этой фазы исходя из условий баланса с другими фазами.

Нагрузка была приложена в направление оси 1 и дифракционные пики были измерены для каждого значения нагрузки (Рис.3.4).

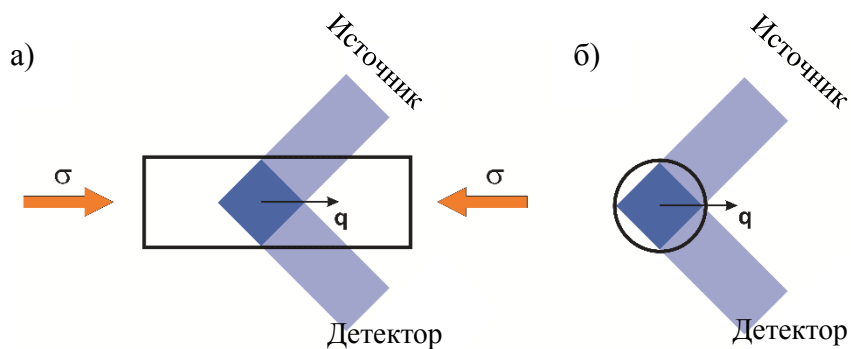


Рисунок 3.4. Схема для измерения дифракционных пиков: а) вдоль оси вращения образца; б) перпендикулярно оси вращения (радиально).

В случае образцов с плоскостью волокон оксида алюминия перпендикулярной к нагрузке, только один образец был измерен, так как две радиальные компоненты равны. Но для образца с волокнами параллельно нагрузки необходимы два образца, чтобы определить радиальную компоненту напряжений в плоскости волокон и перпендикулярно ей.

Нагрузка была выбрана, основываясь на предыдущем анализе механических свойств. Первая точка рассматривается с небольшой нагрузкой в качестве исходного значения, затем было измерено две точки в эластичном режиме и две-три точки в режиме текучести.

### 3.3.2.3. Подсчет ошибки измерений

Основываясь на законе Брэгга, были рассмотрены два вида ошибки: погрешность длины волны нейтронного луча и позиции измеренного пика. Однако погрешность длины волны на инструменте мала по сравнению с ошибкой позиции измеренного пика, поэтому ей можно пренебречь. Специальная программа StressTexCalculator для расчета сдвигов дифракционных пиков также выдает ошибку при определении позиции пика.

Ошибка для подсчета периода кристаллической решетки была определена следующим образом:

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin(\theta)} \quad (8)$$

$$\delta d = \frac{\lambda \operatorname{ctg}(\theta)}{2 \sin(\theta)} \delta \theta \quad (9)$$

где  $d$ -период кристаллической решетки;  $\theta$ -измеренная позиция пика;  $\lambda$ -длина волны.

В случае главных напряжений, подсчет распространений ошибки:

$$\sigma_i - \sigma_j = -\frac{E}{1+\nu} (\theta_i - \theta_j) \cot(\theta) \quad (10)$$

$$\delta(\sigma_i - \sigma_j) = \sqrt{\left( \left( \frac{d(\sigma_i - \sigma_j)}{d\theta_i} \right)^2 \delta\theta_i^2 + \left( \frac{d(\sigma_i - \sigma_j)}{d\theta_j} \right)^2 \delta\theta_j^2 } \quad (11)$$

где  $\sigma_i, \sigma_j$  – главные напряжения в различных направлениях;  $E$ - модулю Юнга;  $\nu$  - коэффициент Пуассона;  $\theta_i, \theta_j$  – позиции пиков в разных направлениях напряжений.

## 4. Результаты исследования

### 4.1. Характеристика микроструктуры материалов до и после термической обработки

Определение различных составляющих композитов (Тип 2) представлено на Рисунке 4.1. Данный материал содержит матрицу, волокна оксида алюминия, частицы карбида кремний, эвтектический кремний, интерметаллиды и поры.

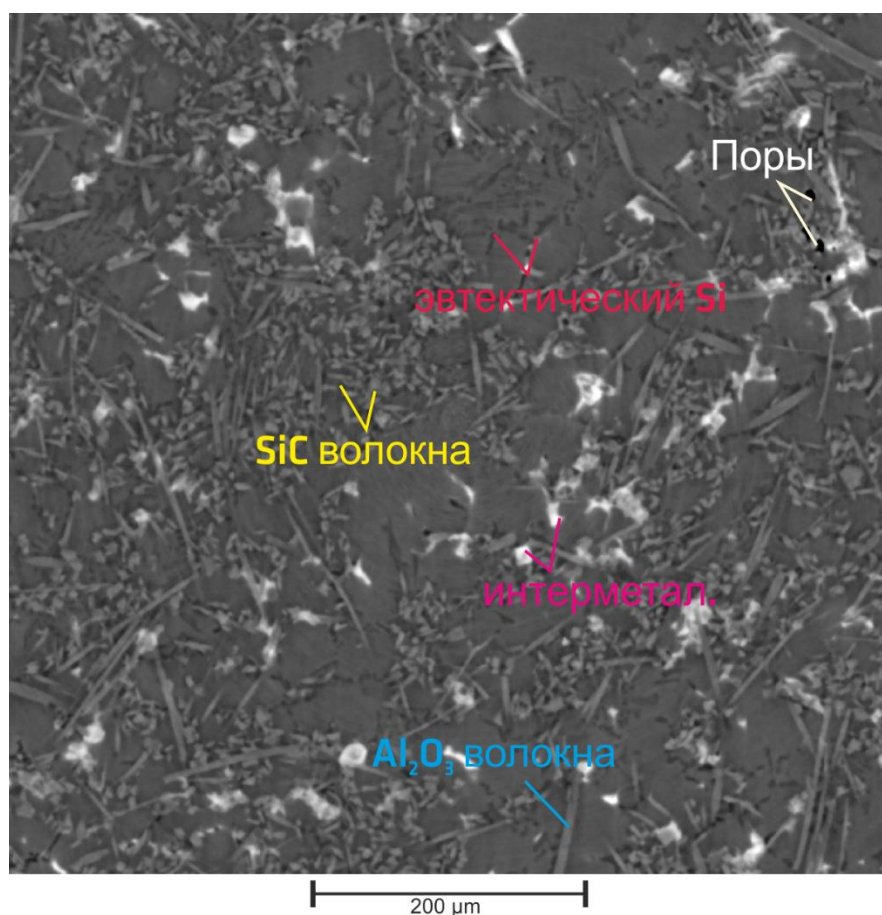


Рисунок 4.1 – Сечение в плоскости волокон материала Типа 2 (704x704) мкм<sup>2</sup>.

В таблице 4.1 представлены значения объемной доли каждой фазы в реконструированном объеме (350×350×350) мкм<sup>3</sup>. Результаты были получены с использованием глобальной сегментации в программном обеспечении AvizoFire. Линейный коэффициент поглощения одинаковый для двух типов волокон, поэтому они не могут быть разделены автоматически. Стандартное отклонение для интерметалидов и волокон было подсчитано из трех объемов внутри образцов размером (352x352x352) μm<sup>3</sup>, чтобы улучшить статистику в определении объемной доли.

В случае эвтектического кремния, сегментация была осложнена близким линейным коэффициентом поглощения с матрицей. Поэтому объемная доля была подсчитана для трех объемов с тремя разными границами шкалы серого. Ошибка была определена как стандартное отклонение между разными граничными значениями. Рисунок 4.2 показывает процедуру сегментации

эвтектического кремния. Пористость в образцах была ниже границы разрешающей способности данной компьютерной томографии.

Таблица 4.1 - Объемные доли всех составляющих для Типа 1 и Типа 2 КОМПОЗИТОВ.

	<b>Эвт. Кремний</b>	<b>Волокна</b>	<b>Интерметаллиды</b>	<b>Поры</b>
(I) АС	$(7,1 \pm 1,5)\%$	$(15,6 \pm 0,5)\%$	$(4,9 \pm 0,7)\%$	-
(I) ТТ	$(6,4 \pm 1,2)\%$	$(15,4 \pm 0,4)\%$	$(5,2 \pm 0,5)\%$	-
(II) АС	$(7,5 \pm 1,6)\%$	$(21,9 \pm 0,6)\%$	$(4,6 \pm 0,4)\%$	-
(II) ТТ	$(6,5 \pm 0,9)\%$	$(21,8 \pm 0,2)\%$	$(5,4 \pm 0,3)\%$	-

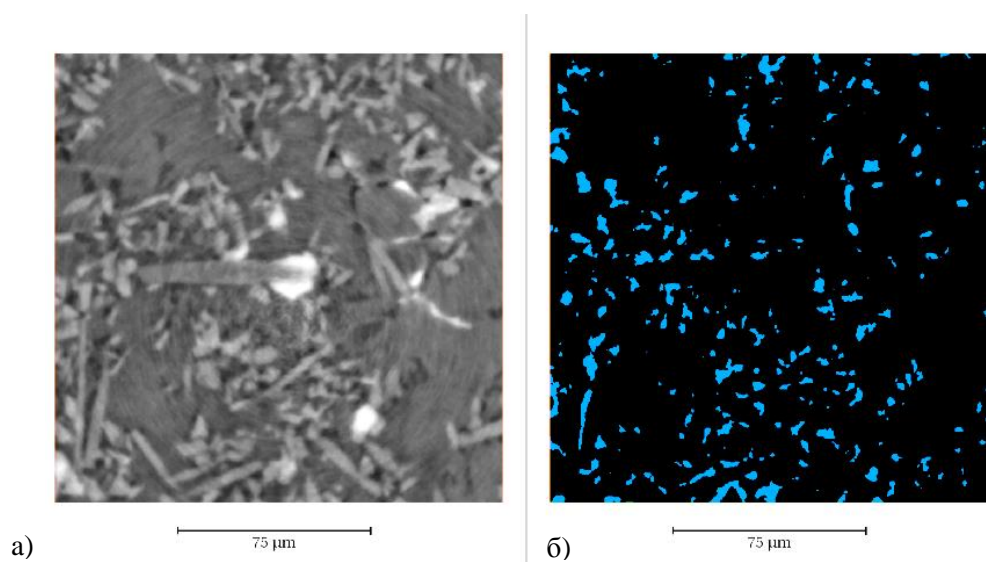


Рисунок 4.2 – Сегментации эвтектического кремния Тип 1 АС: а) исходное изображение; б) после сегментации кремния.

В сравнении с традиционными методами анализа микроструктуры, такими как оптическая микроскопия, КТ помогает раскрыть информацию в объеме образца, что ведет к более точному определению характеристик. Все значения объемных долей составляющих материалов, измеренные с помощью КТ (Таблица 4.1), соответствуют значениям, полученным от производителя

(Таблица 3.1). Более того, объемная доля пор очень мала (при данном пространственном разрешении), что говорит о хорошем качестве отливок.

Керамические усиливающие добавки, такие как волокна  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{SiC}$ , не предполагают изменения формы либо объемной доли после термической обработки. Также интерметаллиды рассматриваются как термически стабильная фаза. Было невозможно разделить разные интерметаллиды с помощью КТ, потому что они имеют близкие линейные коэффициенты поглощения.

Визуализация эвтектического кремния для двух видов композитов представлена на Рисунке 4.3. Хотя материалы имеют разные объемные доли усиливающей фазы, взаимосвязь между частицами кремния все равно наблюдается.

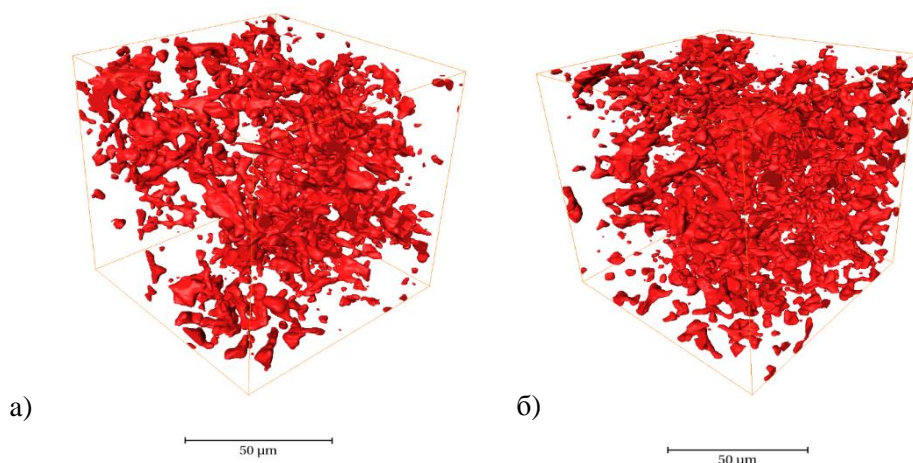


Рисунок 4.3 – Визуализация эвтектического кремния в объеме  $(88 \times 88 \times 88)$  мкм<sup>3</sup>:

а) Тип 1; б) Тип 2.

Рисунок 4.4 показывает визуализацию волокон оксида алюминия в небольшом объеме (Рис.4.4а) и волокон вместе с кремнием (Рис.4.4б). Несмотря на то, что кремневые «мосты» между волокнами были за пределами разрешающей способности данного КТ, связь между волокнами и кремнием все равно наблюдается.



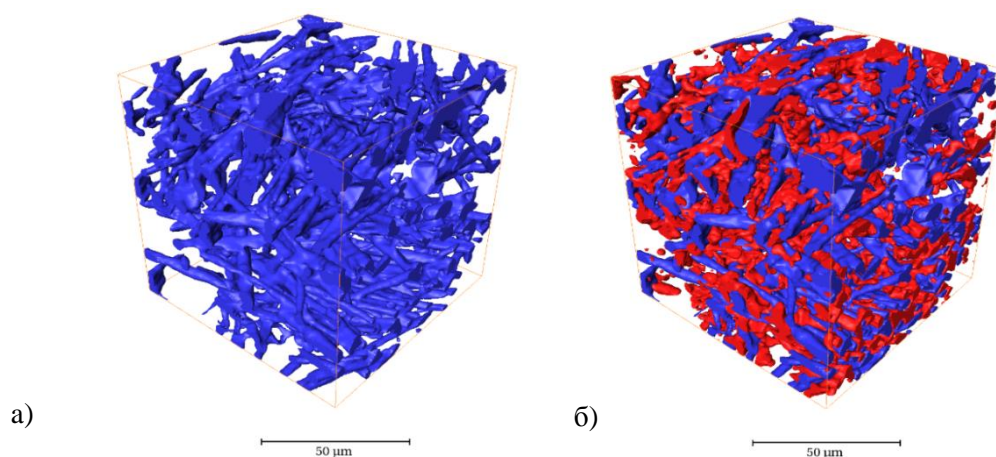


Рисунок 4.4 – Визуализация для Типа 1 ( $88 \times 88 \times 88$ ) мкм<sup>3</sup>: а) волокна оксида алюминия; б) волокна оксида алюминия (синий) и кремний (красный).

Как упомянуто выше, объемная доля интерметаллических частиц может зависеть от расположения анализируемого объема из-за их неравномерного распределения (Рис. 4.5) и возможной объемной связью между ними. Большинство интерметаллидов имеют высокую плотность и могут быть сегментированы из-за хорошего контраста с остальными фазами. Но содержащиеся частицы Mg не могут быть сегментированы из-за отсутствия контраста с эвтектическим кремнием [29]. Однако, их содержание в объеме достаточно мало по сравнению с остальными частицами.

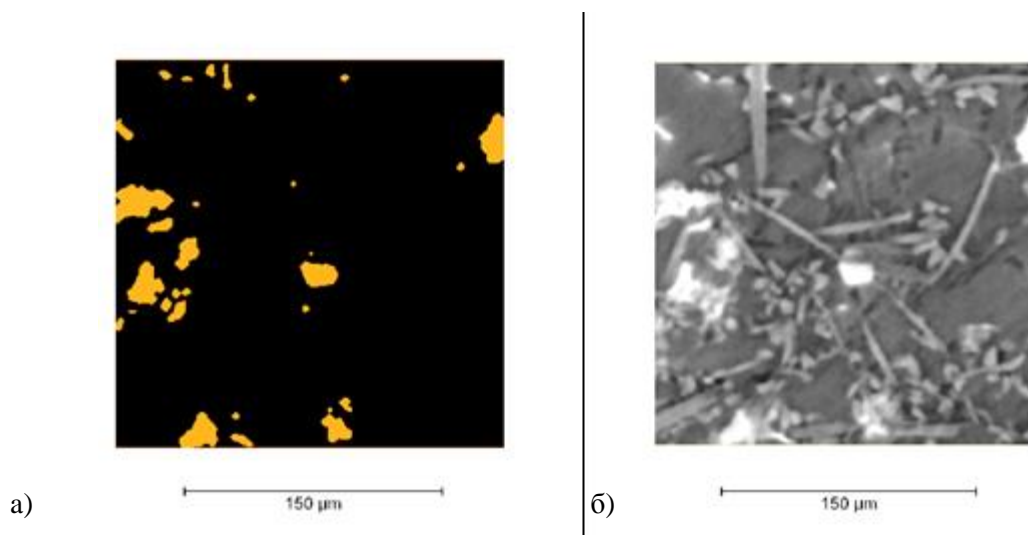


Рисунок 4.5 – Сегментация интерметаллидов: а) сегментированное изображение Тип 2; б) исходное изображение Тип 2.

Рисунок 4.6 показывает визуализацию интерметаллических частиц для двух композитов, где разные цвета относятся к разным частицам (независимо от состава частиц). Различные виды (химические составы) частиц не могли быть определены в связи с близким линейным коэффициентом поглощения и сложной формой.

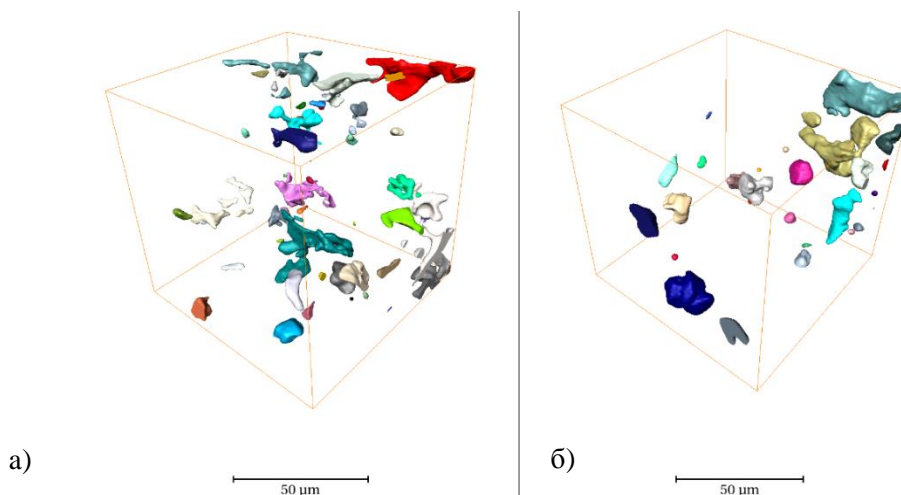


Рисунок 4.6 – Визуализация интерметаллических частиц ( $88 \times 88 \times 88$ ) мкм<sup>3</sup>:  
а) Тип1, б) Тип2.

Как было упомянуто, разделение между двумя фазами в материале Тип 2 волокон невозможно. Также их разделение усложняется тем, что они пересекаются друг с другом. Но различие в форме и размерах для двух видов волокон может помочь в будущем для сегментации, при использовании специальных компьютерных алгоритмов. Несмотря на это, была проведена ручная сегментация в небольшом объеме ( $44 \times 44 \times 44$ ) мкм<sup>3</sup>, чтобы увидеть морфологию и ориентацию различных волокон (Рис. 4.7).



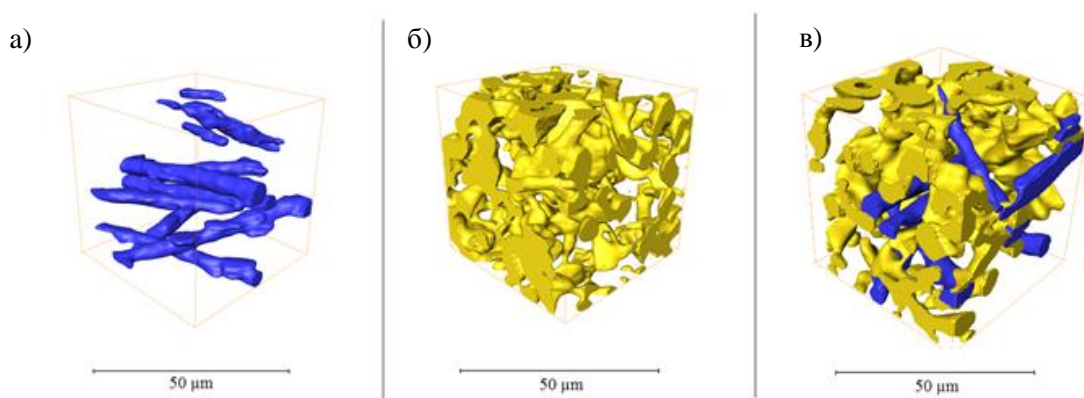


Рисунок 4.7- Ручная сегментация волокон: а) волокна оксида алюминия – Тип 2 ТТ; б) волокна карбида кремния – Тип 2 ТТ; в) волокна  $\text{Al}_2\text{O}_3$  и  $\text{SiC}$  вместе Тип 2 ТТ.

Исследование влияния термической обработки на эвтектический кремний в подобных сплавах, композитах с волокнами оксида алюминия, было исследовано раньше [9, 15]. Результаты показывают, что после термической обработки частицы кремния теряют взаимосвязь друг с другом. Взаимосвязь между волокнами и кремнием в виде «мостов» до термической обработки не была обнаружена с помощью КТ (ограничения в разрешении). Для композитов с добавлением волокон карбида кремния (Тип 2) эволюция эвтектического кремния была исследована впервые.

Для того чтобы выявить эволюцию морфологии кремневых частиц, была проведена объемная визуализация в небольшом объеме ( $88 \times 88 \times 88$ )  $\text{мкм}^3$  для материалов Типа 1 и 2 (Рис.4.8 а,б,в,г). Каждая связанная частица окрашена в разные цвета для лучшего оптического восприятия. На Рис.4.8а,б для Типа 1 видно, что самая большая взаимосвязанная частица (Рис. 4.8а) распадается после термической обработки (Рис. 4.8б), в то время как для материала Типа 2 обе частицы (Рис. 4.8г и Рис. 4.8д) имеют одинаковые размеры. Также был проведен анализ распределения частиц по размеру на трех объемах ( $352 \times 352 \times 352$ )  $\text{мкм}^3$  для обоих видов композитов до и после термической обработки. Рисунки 4.8в,е представляют гистограммы распределения частиц эвтектического кремния по размерам. Эквивалентный диаметр – это параметр, который показывает диаметр

частицы, если бы она была сферой с таким же объемом. Важно отметить, что эквивалентный диаметр не дает информации о форме частиц.

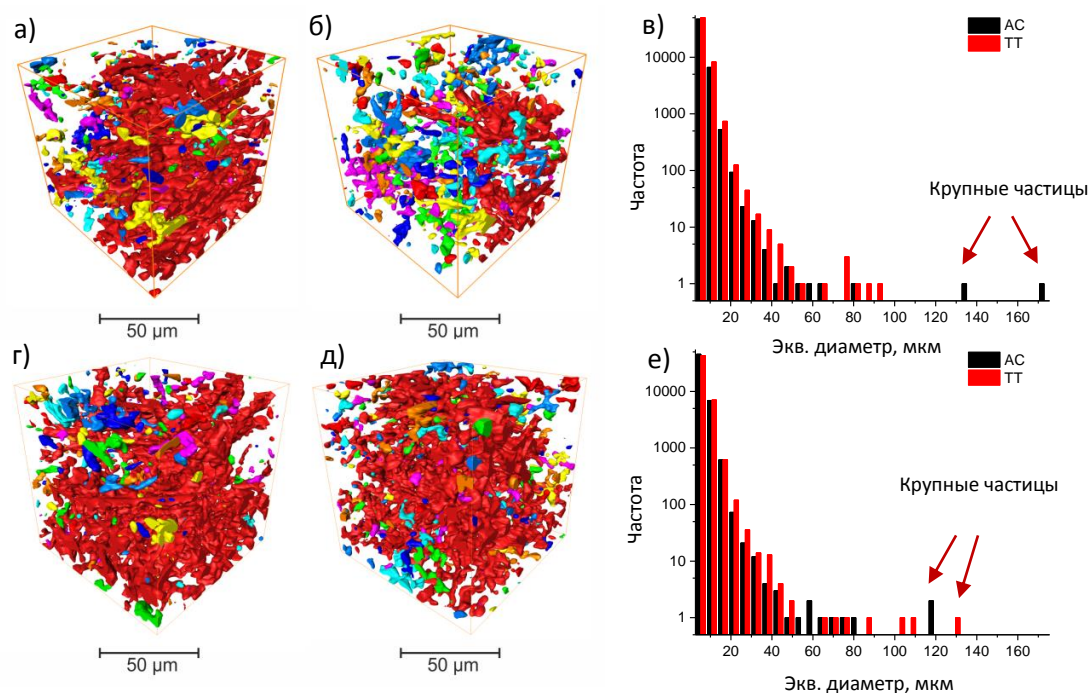


Рисунок 4.8 - Эволюция эвтектического кремния с термической обработкой (500С/4 ч) для Типа 1: а) АС, б) ТТ, в) гистограмма распределения частиц по размерам; для Типа 2 г) АС, д) ТТ, е) гистограмма распределения частиц по размерам.

Как видно из гистограмм (Рис. 4.8в,е) оба материала имеют максимум в районе мелких частиц. В случае композита Типа 1 крупные частицы кремния разделяются на мелкие после термической обработки, показывая потерю взаимосвязи, которая была исследована ранее [9, 15]. Для материала Типа 2, кремний не испытывает потерю взаимосвязи частиц после термической обработки, так как крупные частицы остаются после термической обработки. Этот эффект может быть объяснен наличием волокон карбида кремния и общим увеличенным объемом усиливающих добавок (22% по сравнению с 15% в Типе 1), которые представляют собой физический барьер и мешают разделению частиц кремния.

## 4.2. Испытания на сжатие

Механические свойства представленных материалов были охарактеризованы с помощью испытания на сжатие в CENIM (Мадрид). Графики зависимости деформации от напряжений представлены на рисунке 4.9, а параметры, полученные после теста на испытания – в Таблице 4.2.

Сплав матрицы также подвергся сжатию, но тест был остановлен при таком же значении деформации, которую имеет один из композитов при разрушении, чтобы сравнить повреждения. Из графиков видно, что предел текучести увеличивается для композита Тип 2 в сравнении с матрицей с 250 МПа до 350 МПа. Также механические свойства показывают зависимость от ориентации плоскости волокон к направлению нагрузки. В сравнении с параллельной ориентацией (FL), перпендикулярная ориентация (НК) показывает меньший предел текучести, но выше значение деформации, с 500 МПа, 4% и 350 МПа, 23%, соответственно. Для материала с четырьмя составляющими предел текучести также увеличивается. Также стоит отметить, что FL ориентация волокон имеет небольшой интервал пластичности, в то время как НК показывает продолжительную текучесть материала.

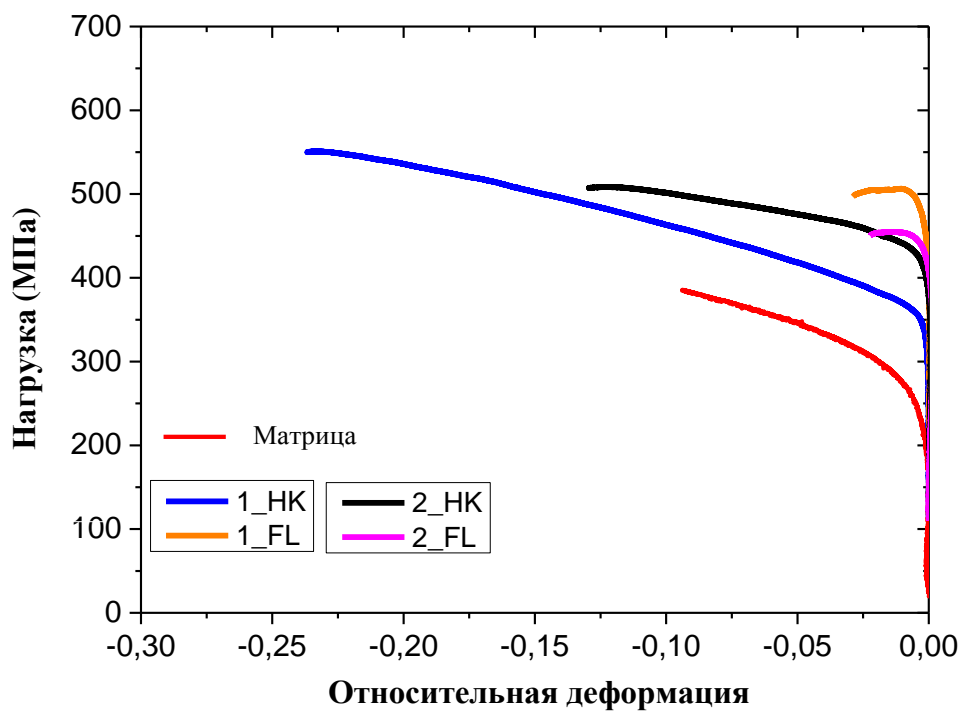


Рисунок 4.9 – Зависимость деформации от напряжения при испытании на сжатие.

Таблица 4.2 - Параметры, полученные после испытания на сжатие.

Образец	Предел текучести 0,2% (МПа)	Предел прочности (МПа)	Деформация при разрыве, %
Al12SiNiCuMg	90	175	4,1
Тип 1 FL	445	517	4,8
Тип 1 НК	316	644	23,8
Тип 2 FL	400	447	4,1
Тип 2 НК	381	518	13,1

### **4.3. Характеристика повреждений после испытания на сжатие**

#### **4.3.1. Композиционный материал Тип 1: $Al_{12}SiNiCuMg + 15\%Al_2O_3$**

Чтобы изучить механизмы образования повреждений в данных композитах, была проведена КТ образцов после испытания на сжатие. Матрица и материал Типа 1 и 2 с двумя ориентациями плоскости волокон НК\_2 и FL были измерены при деформации разрыва. Для сравнения повреждений при одинаковых значениях деформации, дополнительный образец Типа 1 НК со значением деформации равным деформации при разрыве Типа 1 FL был измерен (аббревиатура НК\_1). Рисунок 4.10 показывает сечение реконструированного объема для материала Типа 1 после испытания на сжатие с двумя разными ориентациями волокон. Более того, важно анализировать повреждения не только в плоскости волокон, но и в перпендикулярном ей сечении, чтобы понять как повреждения связаны между собой (Рисунок 4.11).

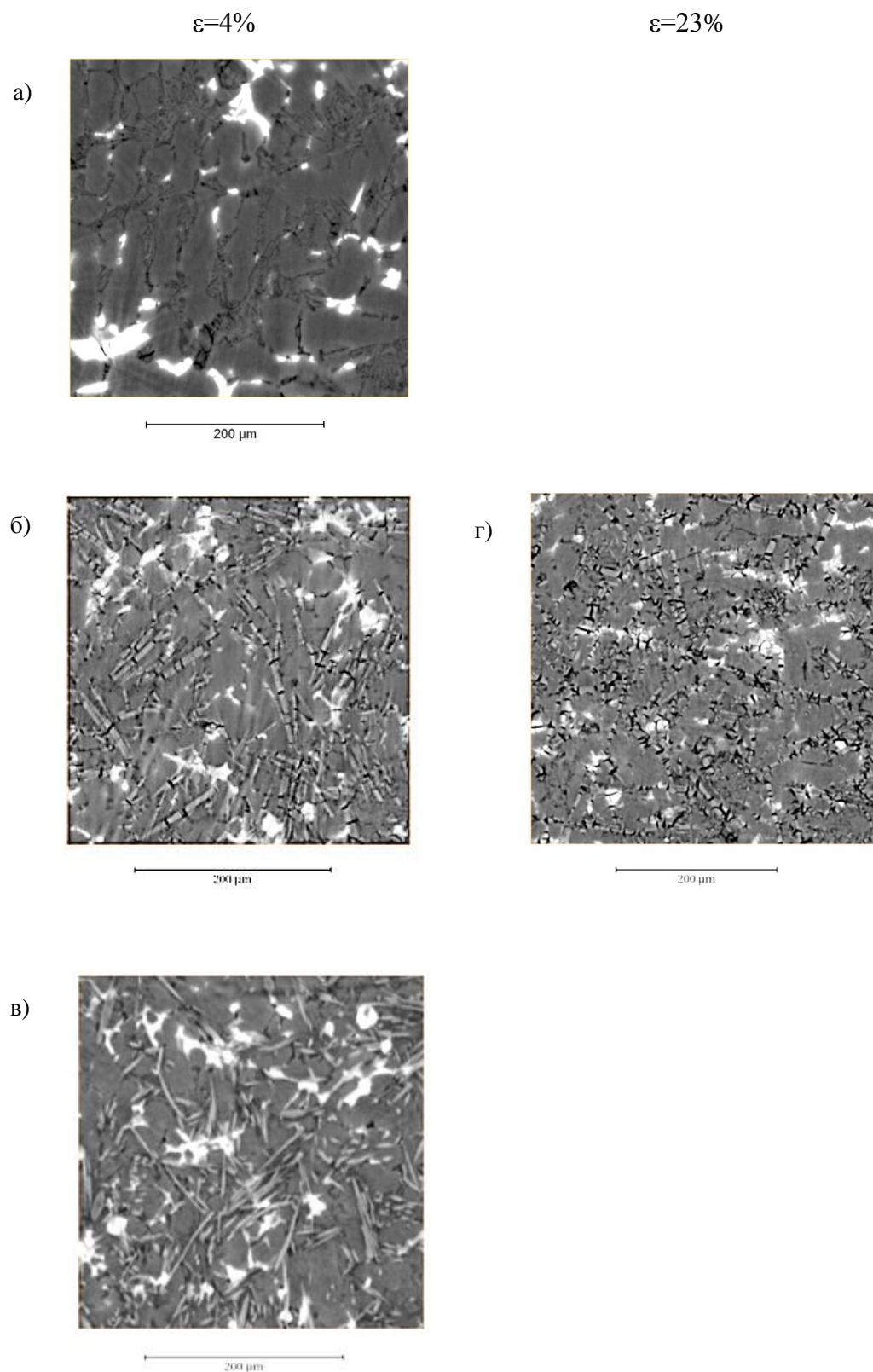


Рисунок 4.10 – Материал 1 после теста на сжатие: а) матрица; б) плоскость волокон перпендикулярна к нагрузке (НК\_1); в) плоскость волокон параллельна к нагрузке (FL); г) плоскость волокон перпендикулярна к нагрузке (НК\_2).

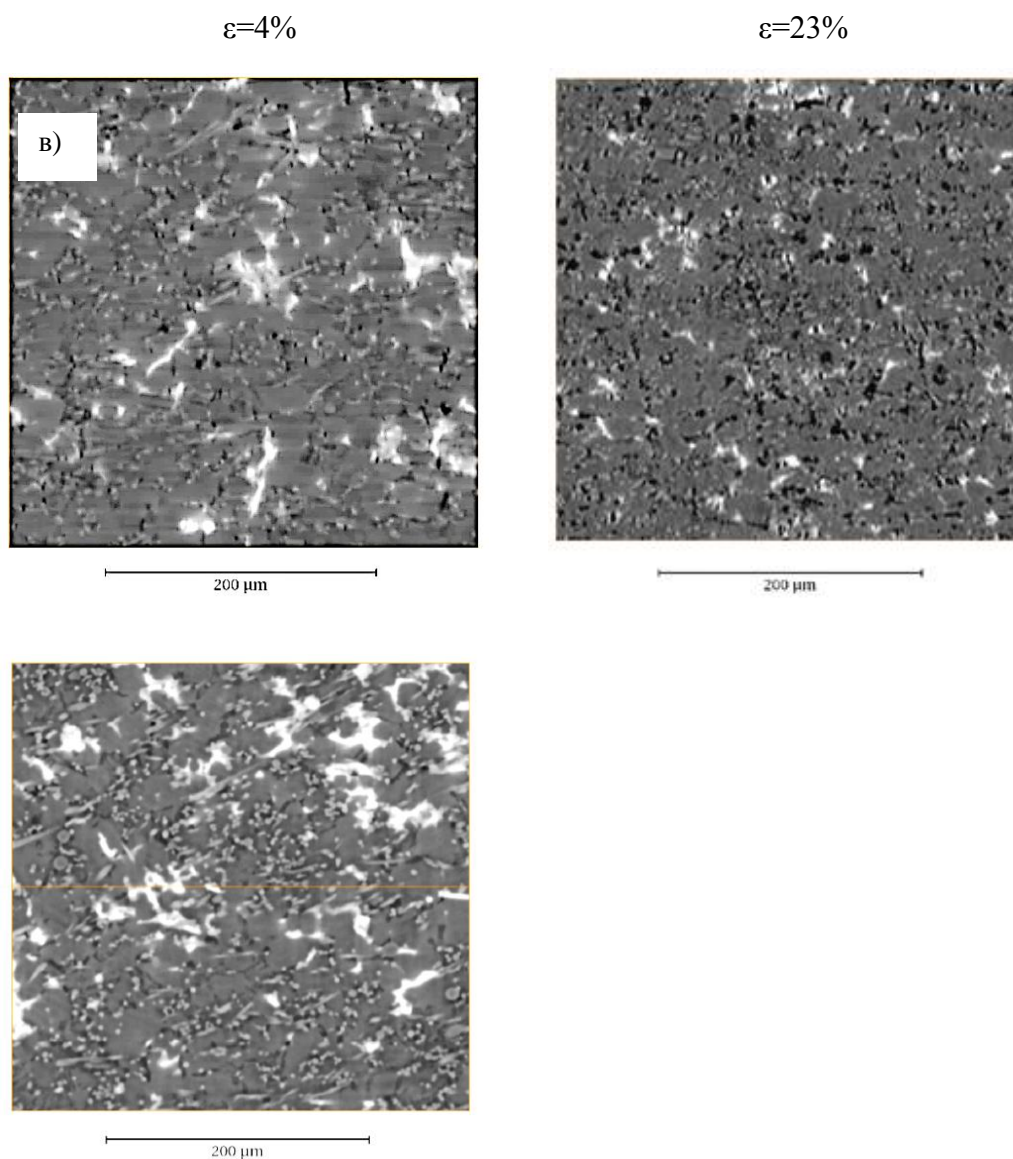


Рисунок 4.11 – Материал 1 после теста на сжатие (сечение перпендикулярно плоскости волокон): а) матрица; б) плоскость волокон перпендикулярна к нагрузке (НК\_1); в) плоскость волокон параллельна к нагрузке (FL); г) плоскость волокон перпендикулярна к нагрузке (НК\_2).



В сплаве матрицы присутствуют трещины в эвтектическом кремнии, но повреждения в интерметалидах замечено не было. В случае ориентации плоскости волокон параллельно нагрузки (FL) повреждения также сконцентрированы на кремнии, в то время как волокна и интерметалиды не повреждены. Для сравнения в случае ориентации волокон перпендикулярно к нагрузке (НК\_1 и НК\_2) трещины появляются в волокнах и интерметалидах. Причем, трещины в волокнах образуются на примерно одинаковом расстоянии (Рис. 4.12).

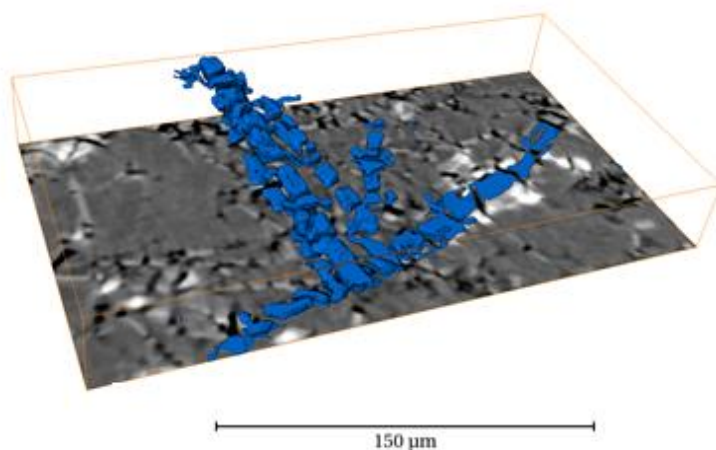


Рисунок 4.12 – Трещины в волокнах оксида алюминия.

Рисунок 4.13 показывает визуализацию трещин для материала Типа 1 и матрицы в реконструированном объеме  $(88 \times 88 \times 88)$  мкм<sup>3</sup>. Видно, что в матрице и FL ориентации повреждения возникают в форме пор несвязанных друг с другом. В тоже время в образце НК\_1, который имеет одинаковую деформацию с FL, повреждения развиваются от локальных округлых пор к более вытянутым глобальным трещинам. Очевидно, что образец НК\_2 имеет наибольшие размеры трещин в соответствии с наибольшим значением деформации при разрыве. Связь и форма трещин может быть увидена на Рисунке 4.13г, где разные взаимосвязанные частицы окрашены в разные цвета.



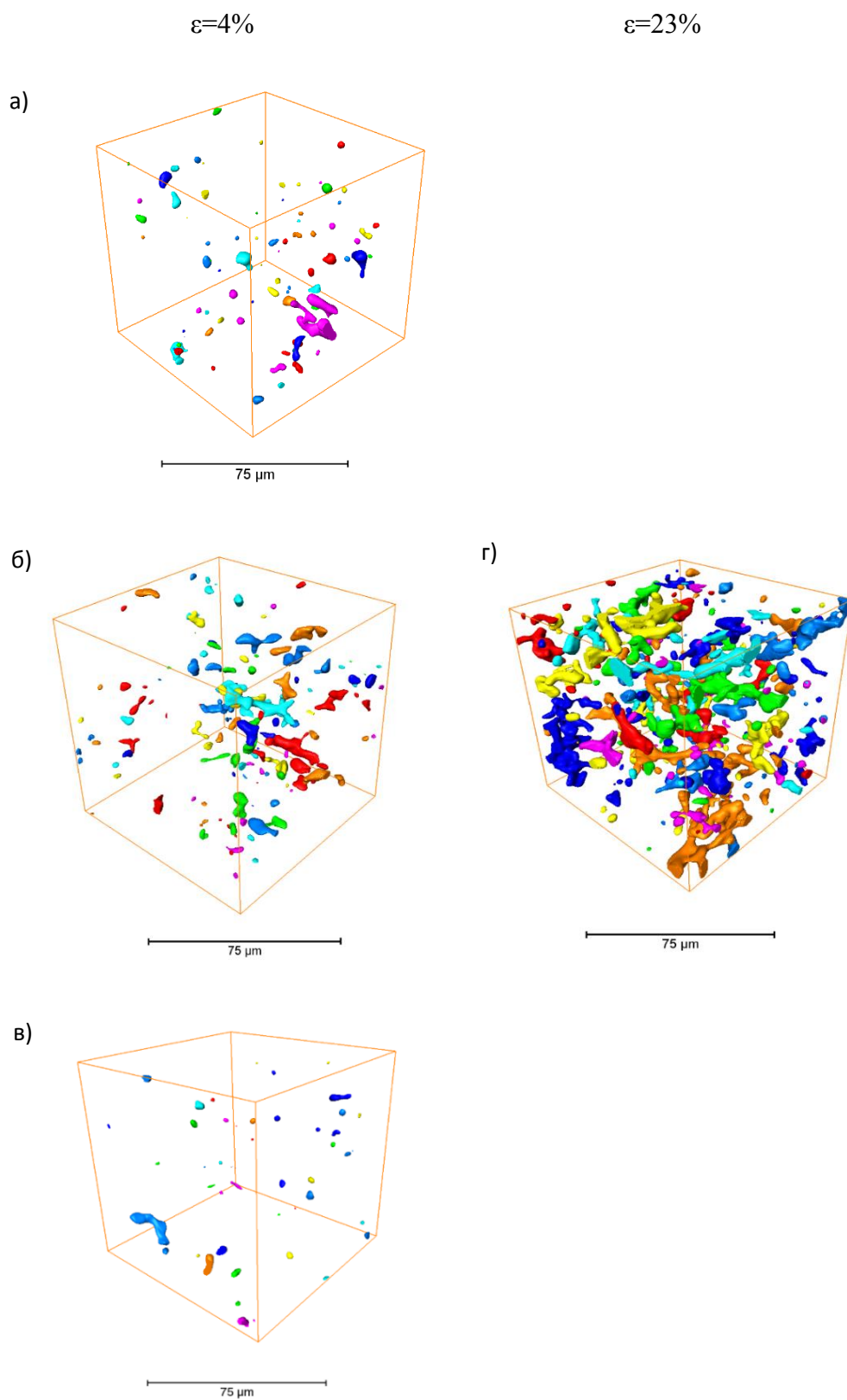


Рисунок 4.13 – Визуализация повреждения для материала Типа 1 в объеме  $(88 \times 88 \times 88)$  мкм<sup>3</sup>: а) матрица; б) НК\_1; в) FL; г) НК\_2.

Анализ распределения повреждений по размерам был проведен для всех образцов в материале Типа 1 и матрице в реконструированном объеме  $(352 \times 352 \times 352)$  мкм<sup>3</sup> (Рис. 4.14). Образец с параллельной ориентацией плоскости волокон к нагрузке имеет наиболее узкое распределение, то есть гистограмма имеет сдвиг в сторону мелких частиц. Также число трещин/пор минимальное из всех. Образец НК\_1 имеет такую же деформацию как образец FL, но количество и размер повреждений больше. Также образец НК\_2 показывает наибольшее количество и размер трещин в объеме образца, как и предполагалось из визуализации трещин (Рис. 4.13).

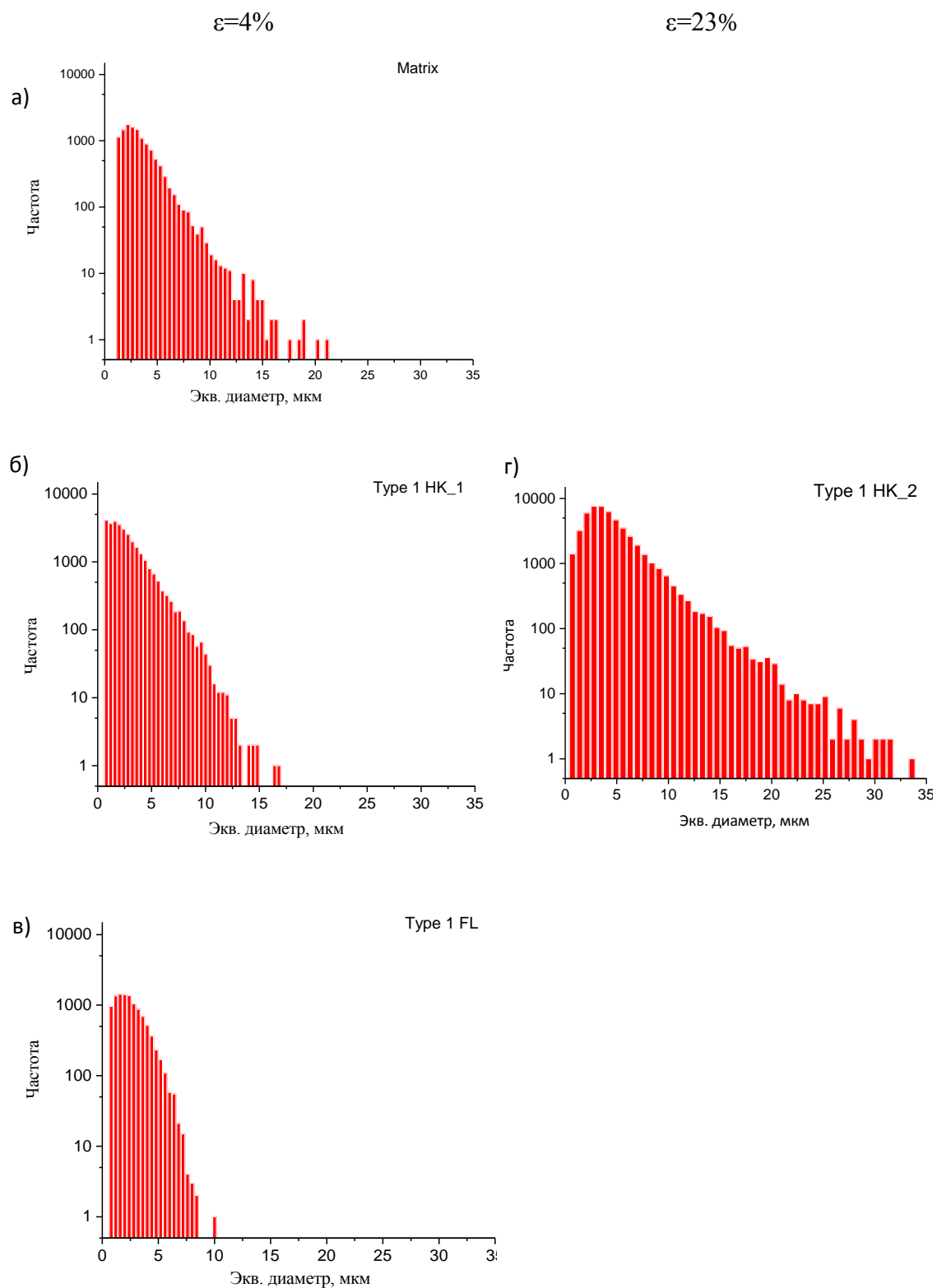


Рисунок 4.14 – Гистограммы распределения повреждений по объему:

а) матрица; б) НК\_1; в) FL; г) НК\_2.

#### 4.3.2. Композиционный материал Тип 2: $\text{Al}_{12}\text{SiNiCuMg} + 7\%\text{Al}_2\text{O}_3 + 15\%\text{SiC}$

В случае материала Типа 2, только два образца было измерено после испытания на сжатие НК и FL с разной деформацией разрушения (13% и 4%, соответственно). Рисунок 4.15 и 4.16 показывают перпендикулярное и параллельное сечения к плоскости волокон для композитов Типа 2 с ориентацией FL и НК. В образце FL (Рис. 4.15) повреждения возникают в основном в области эвтектического кремния, а также в местах скопления волокон карбида кремния, что может говорить о слабой границе между матрицей и этой усиливающей фазой. Также стоит отметить, что волокна алюминия не имеют повреждения за исключением тех, которые лежат не в плоскости волокон. С другой стороны, материал с НК (Рис. 4.16) ориентацией имеет множество трещин в волокнах и интерметалидах, так же, как и в случаи с материалом Типа 1. Расслоение волокон карбида кремния от матрицы в этом случае не может быть распознано в связи с обилием повреждений во всех фазах. Но граница между волокнами оксида алюминия и матрицы не повреждена.

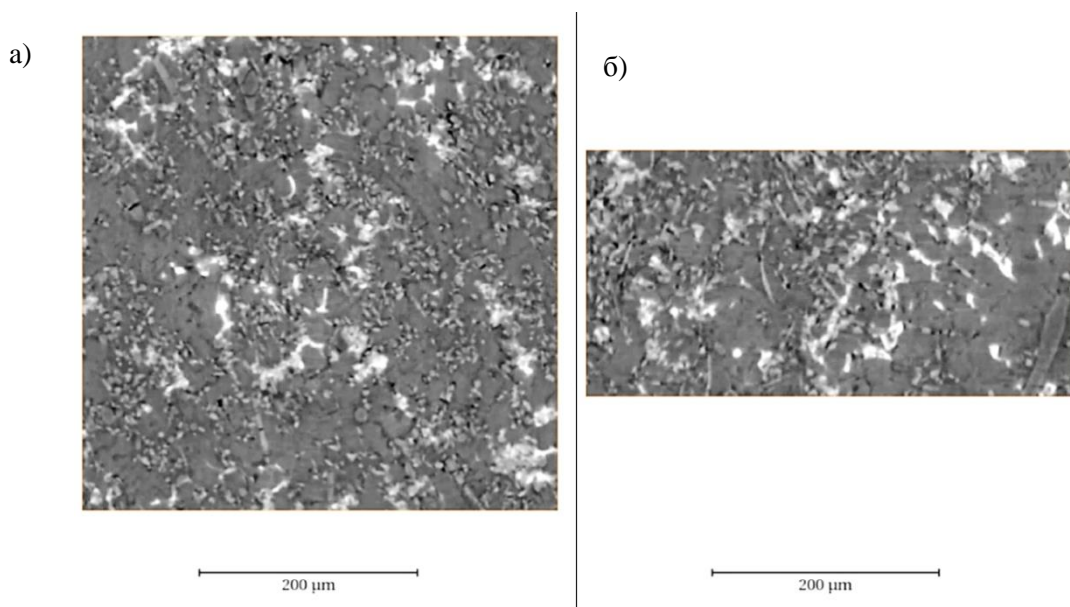


Рисунок 4.15– Материал Типа 2 FL после испытания на сжатие  $\varepsilon=4\%$ : а) сечение перпендикулярно плоскости волокон оксида алюминия; б) сечение параллельно плоскости волокон оксида алюминия.

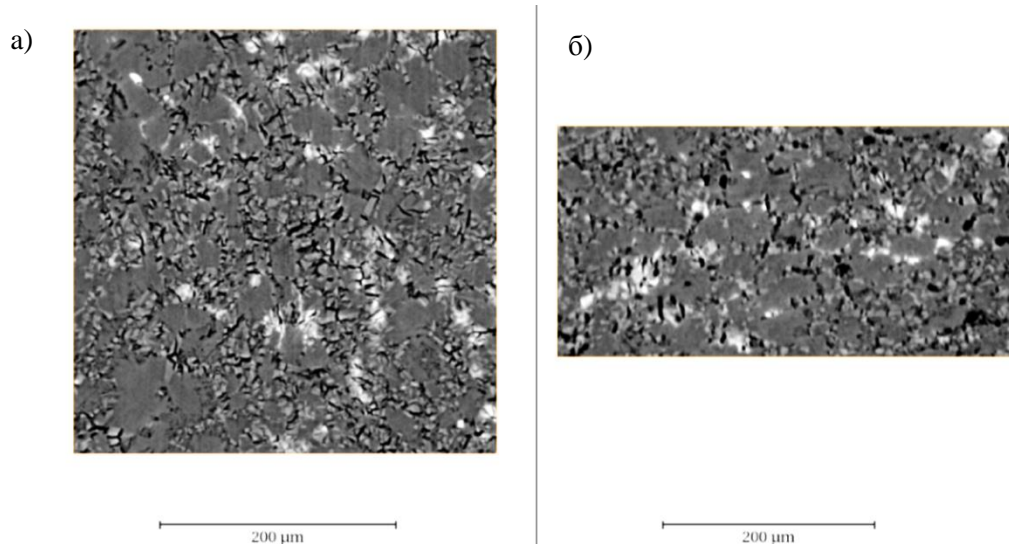


Рисунок 4.16– Материал Типа II НК после испытания на сжатие  $\varepsilon=13\%$ : а) сечение параллельно плоскости волокон оксида алюминия; б) сечение перпендикулярно плоскости волокон оксида алюминия.

Анализ распределения повреждений по размеру был произведен аналогично материалу Типа 1, также как и их визуализация в небольшом объеме для наглядности. Рисунок 4.17 показывает трещины/поры для FL ориентации и гистограмму их распределения по размерам. Этот образец показывает большое количество небольших несвязанных трещин, в то время как в НК образце (Рис. 4.18) трещины крупнее (в три раза больше для самой крупной). Этот эффект также связан с разницей в деформации при разрушении.

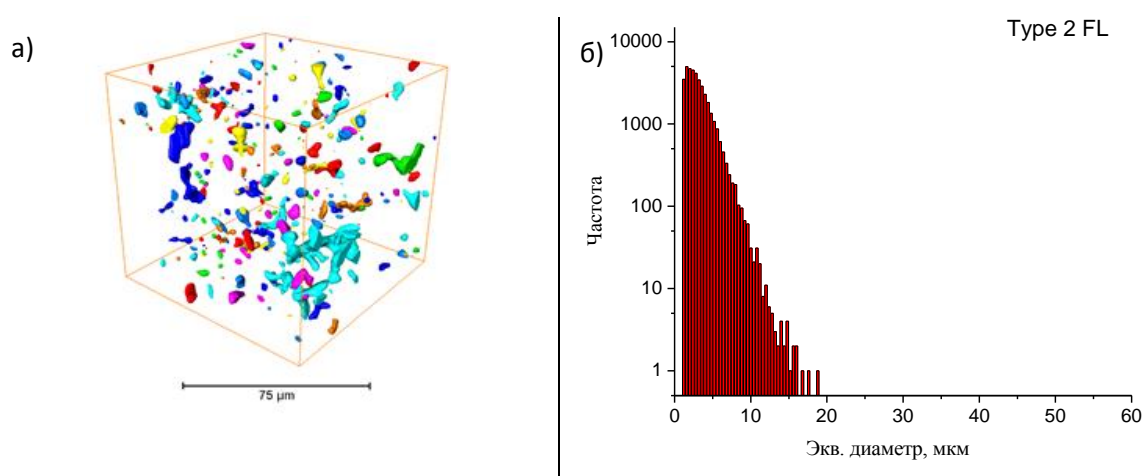


Рисунок 4.17 – Распределение повреждений в образце FL материал Тип 2: а) визуализация в объеме  $(88 \times 88 \times 88) \mu\text{m}^3$ ; б) гистограмма распределения по размерам.

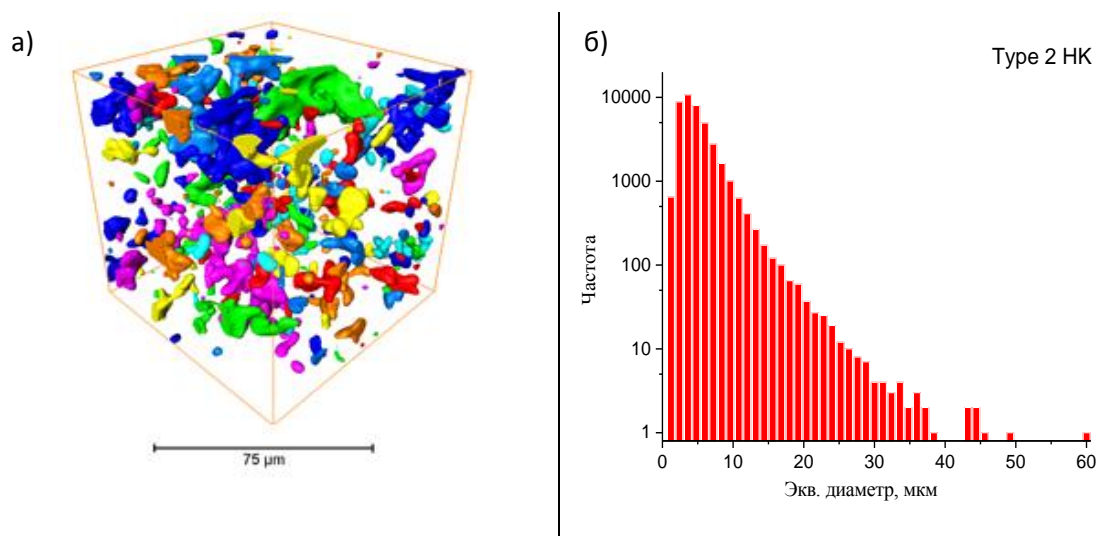


Рисунок 4.18 – Распределение повреждений в образце НК материал Тип 2:  
а) визуализация в объеме  $(88 \times 88 \times 88) \mu\text{m}^3$ ; б) гистограмма распределения по размерам.

Объемная доля повреждений для всех образцов двух типов материалов была вычислена с помощью сегментации в AvizoFire. Результаты представлены на Рисунке 4.19. Как было показано ранее, образцы с НК ориентацией плоскости волокон имеет наибольшие повреждения в сравнение с FL.

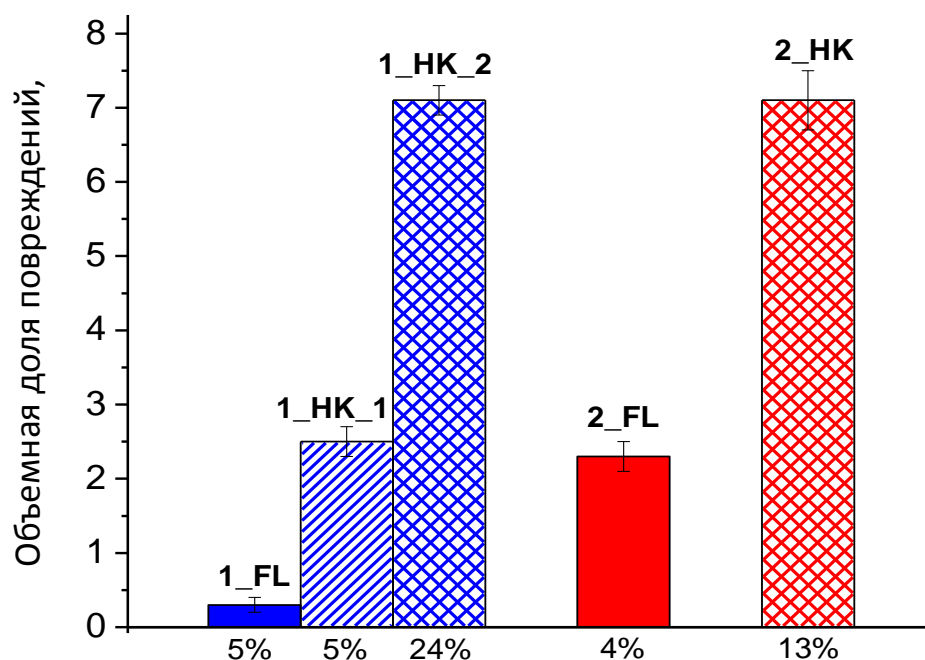


Рисунок 4.19 – Объемная доля повреждений в исследуемых образцах.

#### **4.4. Анализ образования повреждения в материалах после испытаний на сжатие**

Обычно в композиционных материалах с металлической матрицей разделяют три вида повреждений:

1. Отслоение волокон и матрицы;
2. Трещины в волокнах;
3. Образование пор в матрице с последующим их ростом.

Третий вид повреждений является свойственным для испытаний на ползучесть или на растяжения [6].

Образцы с волокнами оксида алюминия ориентированными перпендикулярно к нагрузке находятся под растяжением, в то время как волокна ориентированные вдоль нагрузки могут быть как под сжатием, так и под растяжением в зависимости от ориентации в плоскости каждого отдельного волокна. В статье [13], было представлено, что только волокна, находящиеся под растяжением, ломаются. Это наблюдение было подтверждено в данном исследовании (Рис.4.12).

Более того данное исследование показывает, что НК образцы имеют большую плотность повреждений и деформацию при разрушении, чем FL, это может говорить о большой вязкости в случае образца НК. Важно отметить, что граница раздела между матрицей и оксидом алюминия стабильна и отслоений не было замечено, даже после разделения волокон на части. Это говорит об эффективной передаче нагрузки от матрицы к волокнам, что также будет рассмотрено в следующей главе.

Оба типа композитов показывают близкие значения плотности повреждений, в соответствии с ориентацией волокон. Это говорит о том, что механизм образования повреждений не изменяется с добавлением волокон карбида кремния. Предполагается, что добавление данных волокон сделает материал механически изотропным в связи с формой и распределением волокон SiC. Это является предметом дальнейшего исследования.

#### 4.5. Анализ распределения нагрузки

Микроскопические кривые деформации с изменением нагрузки, полученные в течение эксперимента нейтронной дифракции, представлены на Рисунке 4.20.

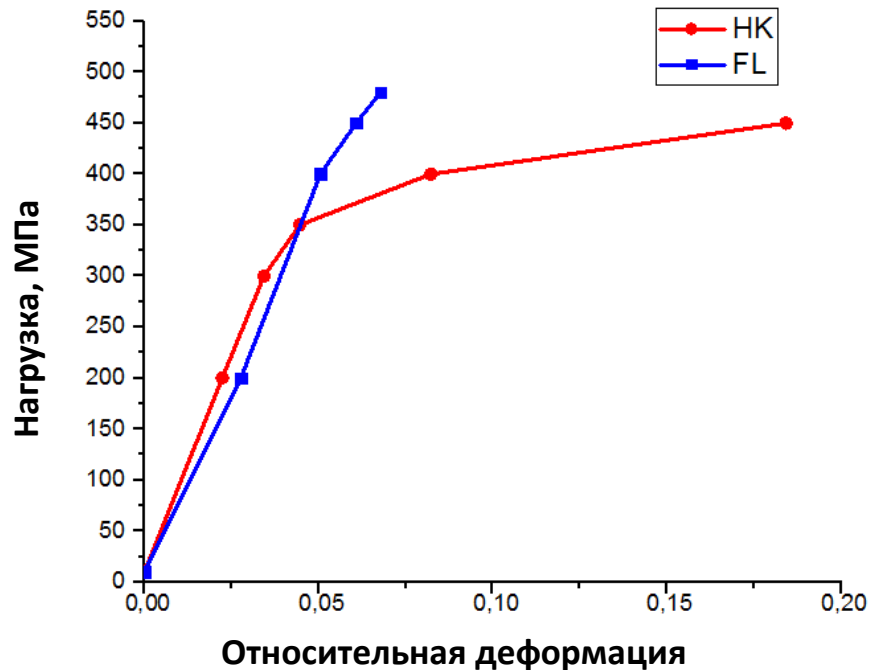


Рисунок 4.20 – Кривые зависимости деформации от нагрузки.

В случае одновременного измерения напряжений с испытанием на сжатие, измерения образца свободного от напряжений необязательно, так как вместо абсолютных напряжений могут быть рассчитаны разницы в напряжениях по главным направлениям. Разницы главных напряжений были получены исходя из разницы углов дифракции:

$$\begin{aligned}\sigma_1 - \sigma_2 &= -\frac{E}{1+\nu}(\theta_1 - \theta_2) \operatorname{ctg} \theta_0 \\ \sigma_1 - \sigma_3 &= -\frac{E}{1+\nu}(\theta_1 - \theta_3) \operatorname{ctg} \theta_0 \\ \sigma_2 - \sigma_3 &= -\frac{E}{1+\nu}(\theta_2 - \theta_3) \operatorname{ctg} \theta_0\end{aligned}\quad (12)$$

где  $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$  – главные напряжения;  $E$  – модуль Юнга;  $\nu$  – коэффициент Пуассона;  $\theta_1, \theta_2, \theta_3$  – измеренные углы дифракции по главным направлениям напряжений;  $\theta_0$  – угол дифракции в отсутствии напряжений (теоретический).



Эволюция напряжений в алюминии ( $E_{Al}^{311} = 69,4$  ГПа,  $\nu_{Al}^{311} = 0,35$ ) и кремнии ( $E_{Si}^{422} = 167,35$  ГПа and  $\nu_{Si}^{422} = 0,215$ ) была подсчитана с помощью констант специфических для измеренной плоскости кристаллической решетки.

Также эквивалентное напряжение по фон Мизесу было рассчитано в следующем виде:

$$\sigma_{vM} = \frac{1}{\sqrt{2}} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2} \quad (13)$$

Напряжения в волокнах оксида алюминия не были измерены в связи с нанокристаллической структурой данного материала. Поэтому они были расчитаны исходя из условий баланса:

$$\sigma_{al2o3} = \frac{\sigma_{ap} - (1 - f_{al2o3} - f_{si})\sigma_{al} - f_{si}\sigma_{si}}{f_{al2o3}} \quad (14)$$

где  $\sigma_{ap}$  – приложенное напряжение;  $f_{al2o3}$  –объемная доля волокон оксида алюминия;  $f_{si}$  –объемная доля Si;  $\sigma_{si}$  –измеренное напряжение для Si;  $\sigma_{al}$  – измеренное напряжение для Al.

Для образца НК были измерены напряжения в аксиальном и радиальном направлении, так как все радиальные компоненты в данном случаи одинаковы. Поэтому эквивалентное напряжение по фон Мизесу равно разнице главных напряжений (Рис.4.21).

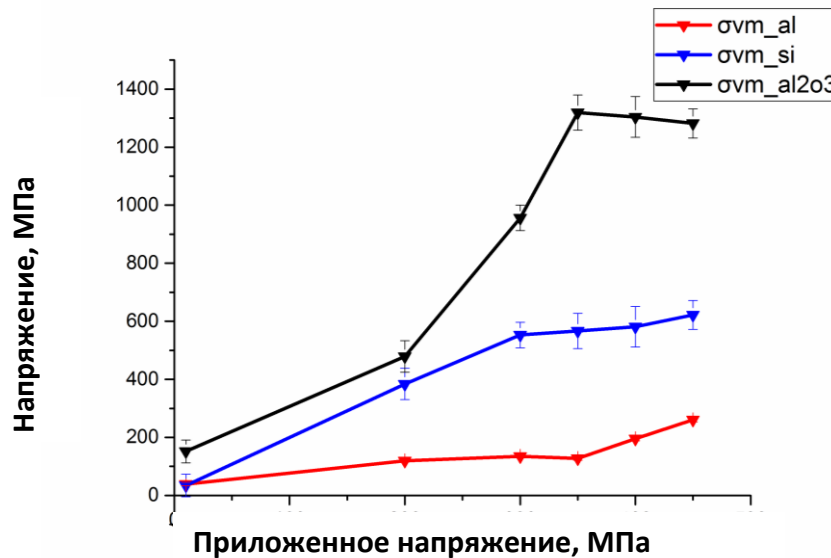


Рисунок 4.21 – Напряжения по фон Мизесу для образца Тип 1 НК.

Для образца FL было измерено три компонента напряжения: аксиальное, радиальное в плоскости волокон, радиальное перпендикулярно плоскости. В связи с этим были подсчитаны три разницы главных напряжений, также как и напряжения по фон Мизесу (Рис.4.22).

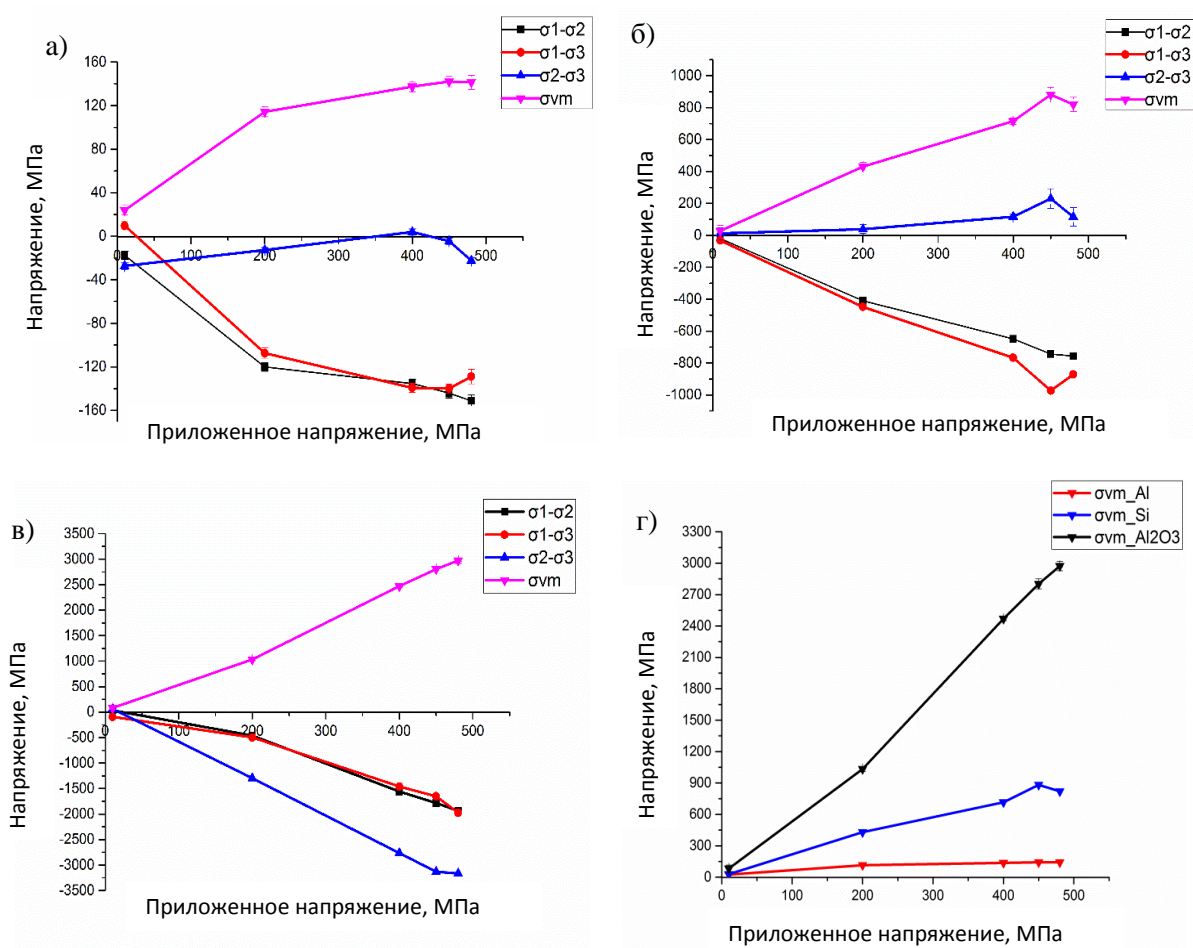


Рисунок 4.22 – Напряжения в образце Тип 1 FL: а) Al; б) Si; в) 15% волокон  $Al_2O_3$ ; г) напряжения по фон Мизесу.

Согласно G. Garces и др. [13, 29] распределение нагрузки в композитах усиленных короткими волокнами может быть разделен на три режима: линейно-упругий, усиленно деформационно-упрочняющий, умеренно деформационно-упрочняющий. Чтобы сравнить результаты данного эксперимента с предыдущими исследованиями, в данной работе был проведен схожий анализ

распределения нагрузки. Важно отметить, что все образцы были измерены до разрушения, то есть режим текучести достигнут (Рис.4.23).

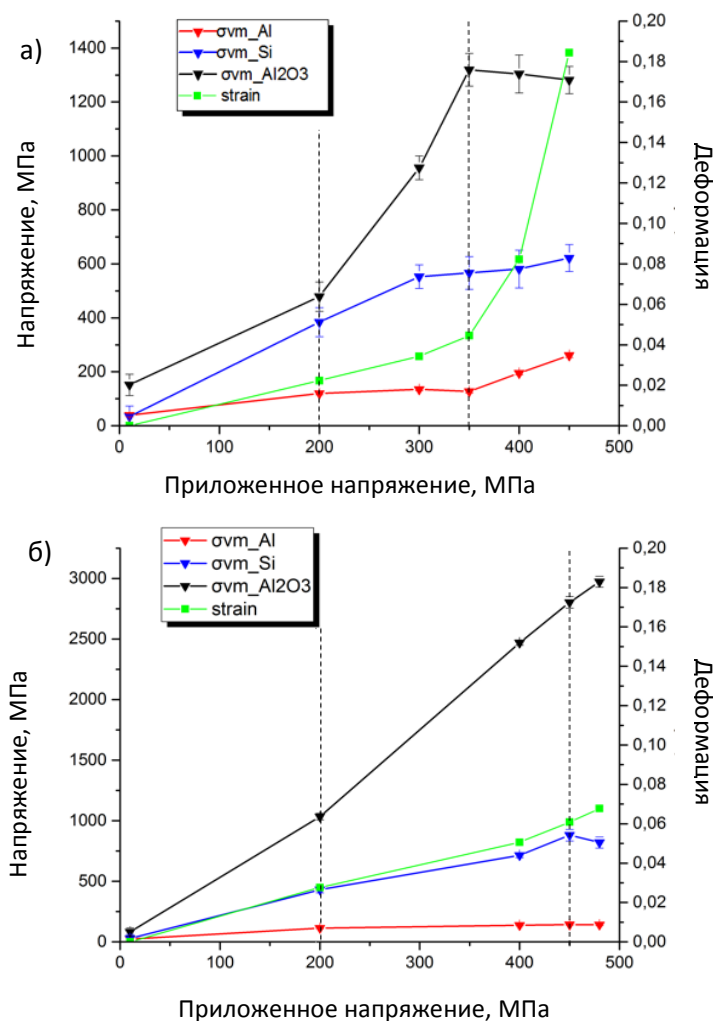


Рисунок 4.23 – Эквивалентные напряжения по фон Мизесу для Al (красный), Si (синий), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> волокна (черный) и деформация (зеленый): а) НК; б) FL.

В линейно-упругом режиме (приложенное напряжение до 200 МПа) оба образца показывают упругие свойства, но в данном режиме было измерено недостаточно точек нагрузки для более подробного анализа, в связи с заинтересованностью в распределении нагрузки возле и после точки предела текучести.

Второй режим был определен как  $200 \text{ МПа} \leq \sigma_{app} \leq 350 \text{ МПа}$  и  $200 \text{ МПа} \leq \sigma_{app} \leq 450 \text{ МПа}$  для НК и FL образцов, соответственно. Однако общее поведение материалов на этом участке одинаково. Эквивалентные

напряжение для алюминия практически не изменяются, в то время как увеличиваются в Si и в волокнах оксида алюминия, показывая переход нагрузки от матрицы к усиливающим добавкам.

В последнем режиме ( $\sigma_{app} \geq 350$  МПа для НК и  $\sigma_{app} \geq 400$  МПа для FL), материалы ведут себя по-разному. В случае НК (Рис.4.23а) напряжения снижаются для волокон и увеличиваются для матрицы. Это показывает повреждения в волокнах и переход нагрузки к матрице. Однако даже после разрушения волокон материал не разрушается, это значит, что волокна продолжают нести нагрузку в качестве частиц с меньшей длиной. В случае FL (Рис.4.23б) образца, напряжения в матрице остаются постоянными, но в кремнии уменьшаются из-за повреждений в данной фазе, в то время как волокна продолжают нести нагрузки без повреждений.

Как предложено в [13], образец FL имеет незначительные повреждения без разрушения волокон. В данном исследовании, это также может быть подтверждено КТ изображениями (см. главу 4.3): FL образец имеет минимальные повреждения, и передача нагрузки от матрицы к волокнам сохраняется до самого разрушения образца. НК образец (волокна под растяжением) показывает высокую плотность повреждений в волокнах, которые могут быть объяснены переходом нагрузки от матрицы к волокнам и знаком приложенной нагрузки. Такие два разных механических поведения материала в зависимости от ориентации плоскости волокон могут быть объяснены природой керамических упрочняющих добавок. Керамические волокна при нагрузке на сжатие могут выдерживать больше напряжений без повреждений, но при растяжении они ломаются с меньшей приложенной нагрузкой.

## **5. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение**

Существует множество факторов, определяющих перспективность научного исследования. Одним из таких факторов является коммерческая ценность разработки. Оценка коммерческой ценности разработки является необходимым условием при поиске источников финансирования для проведения научного исследования и коммерциализации его результатов. Это важно знать для анализа перспектив проводимых научных исследований.

Цель исследования - анализ микроструктуры и механических свойств композиционных материалов с алюминиевой матрицей. Для этого применяется комбинация таких методов неразрушающего контроля как компьютерная томография (исследование микроструктуры) и нейтронная дифракция (анализ напряжений в материале для определения механических свойств). Комбинация данных методов дает возможность исследовать развитие повреждения и распределение нагрузки в композитном материале.

Таким образом, целью раздела «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение» является определение перспективности и результативности научно-исследовательского проекта, разработка механизма управления и сопровождения конкретных проектных решений на этапе реализации.

### **5.1. Предпроектный анализ**

#### **5.1.1. Потенциальные потребители результатов исследования**

Для анализа потребителей результатов исследования был рассмотрен целевой рынок и проведено его сегментирование.

Целевой рынок – сегменты рынка, на котором будет продаваться в будущем разработка. В свою очередь, сегмент рынка – это особым образом выделенная часть рынка, группы потребителей, обладающих определенными общими признаками.

Данный проект может иметь два подхода к определению целевой аудитории:

1. С точки зрения материала: Композиционные материалы с металлической матрицей (КММ) являются перспективными материалами для авиа- и автостроения, и некоторые из них уже давно используются в этой области. Так, основными потребителями материалов, исследуемых в данном проекте, могут быть компании, производящие двигатели внутреннего сгорания;
2. С точки зрения методов: совместное использование синхротронной компьютерной томографии (КТ) и нейтронной дифракции является малоизвестным, но эффективным методом для анализа свойств новых материалов. Поэтому, с этой точки зрения потребителями могут быть компании производящие новые материалы и ученые, желающие их исследовать.

#### **5.1.2. Анализ конкурентных технических решений и оценка готовности проекта к коммерциализации**

С точки зрения методик исследования микроструктуры материала, одним из конкурентных решений может являться микроскопия. Просвечивающий и растровый электронные микроскопы дают лучшее разрешение, чем КТ, но с помощью них сложно исследовать микроструктуру в объеме. Поэтому КТ является наилучшим методом для анализа микроструктуры материалов, приведенных в исследовании. Дифракция на кристаллической решетке является единственным методом неразрушающего контроля для определения распределения нагрузки в течение тестов на сжатие или растяжения

Синхротронная компьютерная томография является коммерциализированной методикой контроля в отделе 8.5 Федерального института исследования и испытания материалов (Германия), где проводилось исследование материалов. В то время как нейтронная дифракция проводилась на

нейтронном реакторе в Институте Гемгольца (Берлин), где данная методика также доступна потребителям. Внедрение исследованных материалов в производство не является частью данного проекта, так как материалы были произведены сторонней организацией и предоставлены только для исследования их микроструктуры и механических свойств.

### 5.1.3. SWOT-анализ

SWOT – Strengths (сильные стороны), Weaknesses (слабые стороны), Opportunities (возможности) и Threats (угрозы) – представляет собой комплексный анализ научно-исследовательского проекта. SWOT – анализ применяют для исследования внешней и внутренней среды проекта.

Он проводился в несколько этапов.

На **первом этапе** было проведено описание сильных и слабых сторон проекта, в выявлении возможностей и угроз для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде.

Сильные и слабые стороны, возможности и угрозы приведены в таблице 5.1.

Таблица 5.1 – Матрица SWOT

<p><b>Сильные стороны научного проекта:</b>  С1. Объемная характеристика микроструктуры – улучшенная статистика количественных измерений;  С2. Использование нейтронов – возможность применения на большинстве материалов;  С3. Проведение экспериментов in-situ – больше возможностей для механических тестов;  С4. Квалифицированный персонал;</p>	<p><b>Слабые стороны научного проекта:</b>  Сл1. Дороговизна измерений на нейтронном реакторе;  Сл2. Ограниченность во времени измерений;  Сл3. Подготовка специальных образцов для КТ;  Сл4. Трудоемкая обработка данных.</p>
--	--

<b>Возможности:</b> В1. Увеличение финансирования; В2. Появление новых инструментов для анализа данных; В3. Измерения на разных экспериментальных линиях.	<b>Угрозы:</b> У1. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования; У2. Технические проблемы во время измерений; У3. Недостаток персонала для обслуживания и для обработки данных.
--	--

**Второй этап** состоял в выявлении соответствия сильных и слабых сторон научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды. Это соответствие или несоответствие помогли выявить степень необходимости проведения стратегических изменений.

В рамках данного этапа были построены интерактивные матрицы проекта. Их использование помогает разобраться с различными комбинациями взаимосвязей областей матрицы SWOT. Матрица «Сильные стороны-возможности» (таблица 5.2) показывает, какие сильные стороны необходимо использовать, чтобы получить отдачу от возможностей во внешней среде.

Таблица 5.2 – Матрица «Сильные стороны-возможности»

	Сильные стороны				
		C1.	C2.	C3.	C4.
Возможности	B1.	-	-	-	-
	B2.	+	+	+	+
	B3.	-	-	+	+

Анализ таблицы 5.2 представляется в форме записи сильно коррелирующих сильных сторон и возможностей: B2C1C2C3C4; B3C3C4.

Матрица «Слабые стороны-возможности» (таблица 5.3) показывает, за счет каких возможностей внешней среды организация сможет преодолеть имеющиеся слабости.



Таблица 5.3 – Матрица «Слабые стороны-возможности»

	Слабые стороны				
Возможности		Сл1.	Сл2.	Сл3.	Сл.4
	В1.	+	+	-	+
	В2.	-	-	-	-
	В3.	-	-	-	-

Анализ таблицы 5.3 представляется в форме записи сильно коррелирующих слабых сторон и возможностей: В1Сл1Сл2Сл4.

Матрица «Сильные стороны-угрозы» (таблица 5.4) показывает, какие силы необходимо использовать организации для устранения угроз.

Таблица 5.4 – Матрица «Сильные стороны-угрозы»

	Сильные стороны				
Угрозы		С1.	С2.	С3.	С4.
	У1.	-	-	-	-
	У2.	-	-	-	+
	У3.	-	-	-	+

Анализ таблицы 4.5 представляется в форме записи сильно коррелирующих сильных сторон и угроз: У2С4; У3С4.

Матрица «Слабые стороны-угрозы» показывает (таблица 5.5), от каких слабостей необходимо избавиться, чтобы попытаться предотвратить нависшую угрозу.

Таблица 5.5 – Матрица «Слабые стороны-угрозы»

	Слабые стороны				
Угрозы		Сл1.	Сл2.	Сл3.	Сл4.
	У1.	0	0	-	-
	У2.	-	-	-	-
	У3.	-	-	-	+

Анализ таблицы 5.5 представляется в форме записи сильно коррелирующих слабых сторон и угроз: выявлено не было.

По окончании **третьего этапа** была составлена итоговая матрица SWOT-анализа, которая приведена в Приложении А.

За счет увеличения финансирования и использование новых экспериментальных установок, увеличиться количество потребителей данных методов измерения.

## **5.2. Инициация проекта**

### **5.2.1. Цели и результат проекта**

Объектом исследования являются 3х и 4х-фазные композиционные материалы с металлической матрицей, предмет исследования – применение компьютерной томографии и нейтронной дифракции для анализа микроструктуры и механических свойств материалов.

Цель исследования – анализ микроструктуры и механических свойств композиционных материалов с алюминиевой матрицей.

Под заинтересованными сторонами проекта понимаются лица или организации, которые активно участвуют в проекте или интересы которых могут быть затронуты как положительно, так и отрицательно в ходе исполнения или в результате завершения проекта. Это могут быть заказчики, спонсоры, общественность и т.п. Информация по заинтересованным сторонам проекта представлена в таблице 5.6.

Таблица 5.6 – Заинтересованные стороны проекта

<b>Заинтересованные стороны проекта</b>	<b>Ожидания заинтересованных сторон</b>
Научное сообщество (лаборатории, научно-исследовательские центры, занимающиеся фундаментальными и прикладными исследованиями в области неразрушающего контроля)	Результаты фундаментальных исследований, полученных при выполнении работы

Продолжение таблицы 5.6

Предприятия, занимающиеся производством и разработкой новых материалов	Исследование материалов, создание механической модели для последующего внедрения материалов
--	---

В таблице 5.7 представлена информация об иерархии целей проекта и критериях достижения целей.

Таблица 5.7 – Цели и результат проекта

Цели проекта:	Анализ микроструктуры и механических свойств композиционных материалов с алюминиевой матрицей
Ожидаемые результаты проекта:	Анализ распределения нагрузки между фазами материала
	Анализ микроструктуры и повреждений в композитах
	Выявление взаимосвязи между распределением нагрузки и микроструктурой
Требования к результату проекта:	Предоставление результатов анализа для последующего сравнения с четырехфазным материалом
	Публикация результатов исследования

### 5.2.2. Организационная структура проекта

На данном этапе работы был составлен список основных участников рабочей группы данного проекта, а также прописаны функции, выполняемые каждым из участников и их трудозатраты в проекте.

Эта информация представлена в таблице 5.8.

Таблица 5.8 – Рабочая группа проекта

№ п/п	ФИО, основное место работы, должность	Роль в проекте	Функции	Трудо- затраты, час.
1	Prof. Dr. Giovanni Bruno, начальник отдела 8.5, BAM	руководитель отдела	Координация, научная	-
2	Dr. Sandra Cabeza, BAM	руководитель проекта	Исполнитель проекта	528
2	Мишурова Татьяна Александровна, магистрант ТПУ и ДМУ.	Исполнитель проекта	Выполнение проектных работ	1056
ИТОГО:				1584

### 5.3. План проекта

Залогом успешной реализации любого проекта является оптимальное планирование занятости каждого из его участников и сроков проведения отдельных работ на этапе организации процесса.

На данном этапе были установлены полный перечень проводимых работ, их исполнителей и оптимальная продолжительность. Результатом планирования реализации проекта является построение наиболее удобного, простого и наглядного для этих целей линейного графика типа диаграммы Ганта. Для его построения составлен перечень работ и соответствующих им исполнителей, а также продолжительность выполнения этих работ, которые сведены в календарный план проекта.

Календарный план проекта и диаграмма Ганта представлены в Приложении Б и В соответственно.

Научным руководителем проекта является Dr. Sandra Cabeza. Руководитель выполняет координацию деятельности участников проекта, производит опытно-конструкторскую работу. Исполнителем является Мишурова Татьяна Александровна. Исполнитель производит поиск и

представление информации, проводит экспериментальные измерения по теме проекта, а также выполняет необходимые задания и указания руководителя.

Из календарного плана следует, что научный руководитель проекта Dr. Cabeza занят 104 календарных дней (70 рабочих дня). Из календарного плана следует, что исполнитель проекта (Мишурова Т.А.) занят календарных 181 день (125 рабочих дня).

### **5.3.1. Бюджет научного исследования**

При планировании бюджета необходимо провести полную оценку всех расходов, необходимых для ее выполнения. Все расчеты производятся в евро, так как это валюты страны выполнения исследовательской работы.

Расходы группируются по следующим статьям:

- ✓ расходы на сырье, материалы, покупные изделия;
- ✓ расходы на специальное оборудование
- ✓ основная заработная плата;
- ✓ отчисления в социальные фонды;
- ✓ работы, выполняемые сторонними организациями;
- ✓ накладные расходы.

#### **5.3.1.1. Сырье, материалы, покупные изделия и полуфабрикаты (за вычетом отходов)**

К данной статье расходов относится стоимость материалов, покупных изделий, полуфабрикатов и других материальных ценностей, расходуемых непосредственно в процессе выполнения работ.

В стоимость материальных затрат включают транспортно-заготовительные расходы (3 – 5% от цены). В эту же статью включаются затраты на оформление документации (канцелярские принадлежности, тиражирование материалов).

Результаты по данной статье занесены в таблицу 5.9.

Таблица 5.9 – Сырье, материалы, комплектующие изделия и покупные полуфабрикаты

№ п/п	Наименование	Кол-во	Цена за единицу, евро.	Сумма, евро.
1	Блокнот	3 шт.	5	15
2	Ручка шариковая	2 шт.	3	6
Всего за материалы				21
Транспортно-заготовительные расходы (5%)				1
Итого по статье $C_m$				22

Кроме приведенных выше материалов, для выполнения магистерской диссертации необходима электроэнергия, потребляемая компьютером. Затраты на электроэнергию  $C_{эл}$  рассчитывают по формуле:

$$C_{эл} = T_{эл} \cdot P \cdot t, \quad (5.1)$$

где

$T_{эл}$  – тариф на электроэнергию ( 0.26 евро. за 1 кВт·ч);

$P$  – мощность оборудования (0.5 кВт·ч);

$t$  – время использования оборудования (из расчета работы 8 часов в сутки).

$$C_{эл.пр.} = 0,26 \cdot 0,5 \cdot 8 \cdot 70 = 72,8 \text{ евро.} \quad (5.2)$$

$$C_{эл.и.} = 0,26 \cdot 0,5 \cdot 8 \cdot 125 = 130 \text{ евро.} \quad (5.3)$$

Таким образом, суммарные расходы на материалы составляют:

$$C_m = 22 + 72,8 + 130 = 224,8 \text{ евро.} \quad (5.4)$$

### 5.3.1.2. Специальное оборудование для научных (экспериментальных) работ

В данную статью включают все затраты, связанные с приобретением специального оборудования (приборов, контрольно-измерительной аппаратуры, стендов, устройств и механизмов), необходимого для проведения работ по конкретной теме.

В таблице 5.10 приведен расчет затрат по статье «Специальное оборудование для научных работ».

Таблица 5.10 – Специальное оборудование для научных работ

№ п/п	Наименование оборудования	Кол-во единиц оборудования	Цена единицы оборудования, евро.	Общая стоимость оборудования, евро.
1	Персональный компьютер	1	300	300
2	Монитор	1	100	100
Итоговая сумма				400

### 5.3.1.3. Основная заработная плата

Данная статья расходов включает основную заработную плату работников, непосредственно занятых выполнением проекта (научный руководитель, исполнитель). Расчет основной заработной платы выполняется на основе трудоемкости выполнения каждого этапа и величины месячного оклада исполнителя.

Основная заработная плата работника определяется по формуле:

$$Z_{осн.} = Z_{дн.} \cdot T_{раб.}, \quad (5.5)$$

где  $Z_{дн.}$  – среднедневная заработная плата работника, евро;

$T_{раб.}$  – продолжительность работ в рабочих днях.

Среднедневная заработная плата  $Z_{дн.}$  рассчитывается по формуле:

$$Z_{дн.} = \frac{Z_m \cdot M}{F_d}, \quad (5.6)$$

где  $Z_m$  – месячный должностной оклад работника, евро;

$M$  – количество месяцев работы без отпуска в течение полугода (при отпуске в 24 раб. дня  $M = 5,6$  месяца, 5-дневная неделя; при отпуске в 48 раб. дней  $M = 5,2$  месяца, 6-дневная неделя);

$F_d$  – действительный годовой фонд рабочего времени научно-технического персонала, раб. дн.

Так как работа проводилась в Германии, федеральной земле Берлин, городе Берлин, расчеты заработной платы производятся согласно

Коллективному договору государственной службы (*TVöD*). В связи с тем, что Федеральный институт исследования и испытания материалов является государственным учреждением, оплата производится по специальным тарифам единым для всех государственных организации германии. Оклады зависят от квалификации сотрудника (бакалавр, магистр), от количества рабочих часов (полная занятость или частичная), а также от стажа. Всего имеется 15 категорий оплаты от E1 до E15. Данные категории прописаны в трудовом договоре каждого сотрудника. Студенты во время написания магистерской работы не получают зарплаты.

Таким образом, месячный должностной оклад научного руководителя рассчитывается по тарифу E13 (полная занятость - 7 часов 48 минут в день)

$$З_{м.нр.} = 3300,21 \text{ €}.$$

Месячный должностной оклад исполнителя, как учебно-вспомогательного персонала:

$$З_{м.и.} = 0 \text{ €}$$

Определим действительный годовой фонд рабочего времени  $F_0$  научного руководителя, исполнителя, исходя из того, что они работают по 5-дневной неделе (таблица 5.11).

Таблица 5.11 – Баланс рабочего времени

Показатели рабочего времени	Руководитель	Исполнитель
Календарное число дней	185	185
Количество нерабочих дней	50	50
- выходные дни	46	46
- праздничные дни	4	4
Потери рабочего времени	15	0
- отпуск	15	0
- невыходы по болезни	0	0
Действительный полугодовой фонд рабочего времени	120	135

Среднедневная заработная плата научного руководителя:

$$З_{дн.нр.} = \frac{3300,12\text{€} \cdot 5,6}{120} = 154 \text{ €} \quad (5.7)$$



Среднедневная заработная плата исполнителя:

$$З_{дн.и.} = 0 \text{ €}$$

Исходя из количества рабочих, основная заработная плата составит для руководителя:

$$З_{осн.пр.} = 154 \cdot 120 = 18480 \text{ €}$$

для исполнителя:

$$З_{осн.и.} = 0$$

Итоговый расчёт основной заработной платы приведён в таблице 5.12.

Таблица 5.12 – Расчет основной заработной платы

Исполнители	$З_m$ , €.	$З_{дн.}$ , €.	$T_{раб.}$ , раб. дн.	$З_{осн.}$ , €.
Научный руководитель	3300,21	154	120	18480
Исполнитель	0	0	135	0

#### 5.3.3.4. Расчет дополнительной заработной платы

Дополнительная заработная плата не предоставляется.

#### 5.3.3.5. Расчет отчислений на социальные нужды

Отчисления на социальные нужды включают в себя отчисления во внебюджетные фонды: пенсионный фонд, медицинская страховка и т.д. Коэффициент отчислений на уплату во внебюджетные фонды  $k_{внеб.}$  составляет 23%.

$$C_{внеб.} = k_{внеб.} \cdot C_{зп.} \quad (5.8)$$

$$C_{внеб.} = 0.23 \cdot 18480 = 4250 \text{ €} \quad (5.9)$$

### 5.3.3.6. Расчет накладных расходов

В эту статью включаются затраты на управление и хозяйственное обслуживание, которые могут быть отнесены непосредственно на конкретную тему. Кроме того, сюда относятся расходы по содержанию, эксплуатации и ремонту оборудования, производственного инструмента и инвентаря, зданий, сооружений и др. Накладные расходы составляют 80-100% от суммы основной и дополнительной заработной платы, работников, непосредственно участвующих в выполнение темы.

Примем коэффициент накладных расходов  $k_{накл.}$  равным 80%,

$$C_{накл.} = k_{накл.} \cdot C_{зн.} \quad (5.10)$$

$$C_{накл.} = 0.8 \cdot 18480 = 14784 \text{ €} \quad (5.11)$$

Группировка затрат по статьям приведена в таблице 5.13.

Таблица 5.13 – Группировка затрат по статьям

Статьи затрат (руб.)						
$C_m$	$C_{\text{спец.об.}}$	$C_{зн.}$	$C_{\text{внеб.}}$	$C_{\text{ст.орган.}}$	$C_{накл.}$	Итого плановая себестоимость
224,8	400	18480	4250	0	14784	38139

Для реализации данного научного исследования потребуется 38139 евро.

### 5.4. Реестр рисков проекта

Идентифицированные риски проекта включают в себя возможные неопределенные события, которые могут возникнуть в проекте и вызвать последствия, которые повлекут за собой нежелательные эффекты. Информация по данному разделу сведена в таблицу (см. табл. 5.15).

Таблица 5.14 – Реестр рисков

Название	Потенциальное воздействие	Вероятность наступления (1-5)	Влияние риска (1-5)	Уровень риска	Способы смягчения риска	Условия наступления
Риск невостребованности продукции	Отсутствии прибыли от реализации продукции	2	4	Низкий	Больше публикаций и участия в конференциях, чтобы рекламировать продукт	Отсутствие спроса на продукт
Риск технологической «неадекватности»	Низкий уровень финансирования проекта	2	5	Средний	Грамотная оценка практического применения	Отсутствие инвесторов
Риск финансовой «неадекватности»	Отсутствие новых измерений	1	4	Низкий	Точный расчет необходимых затрат	Неверный расчет бюджета проекта и распределение времени
Риск неуправляемости проектом	Низкий уровень качества продукции	2	4	Средний	Привлечение высококвалифицированного персонала	Низкий профессиональный уровень сотрудников

1. *Риск невостребованности (оригинальности)* продукции обусловлен тем, что данные измерительные технологии могут быть невостребованными производством и рынком.

2. *Риск технологической «неадекватности»* возникает, когда новая продукция технологически не применима в производстве и не является инвестиционно-привлекательной.

3. *Риск финансовой «неадекватности»* связан с несоответствием значения инновационного проекта и предоставляемых финансовых средств на его реализацию.

4. Успешная реализация проекта предполагает сочетание не только оригинальности и проработанности проекта, но и сплоченности и профессионализма управленческой команды. При отсутствии высококвалифицированных кадров может возникнуть риск неуправляемости проектом.

## **6. Социальная ответственность**

В условиях научно-технического прогресса, быстро растущего производства, внедрения новых техники и технологий, роста роли человека на производстве и социальной значимости безопасных и здоровых условий труда, проблема безопасности жизнедеятельности приобретает особую актуальность.

Цель и содержание данного раздела:

- обнаружение и изучение факторов окружающей среды, отрицательно влияющих на здоровье человека;
- ослабление действия этих факторов до безопасных пределов или исключение их, если это возможно.

В данной главе рассматриваются правила безопасной работы в конструкторском бюро федерального института исследования и испытания материалов (BAM) и в лабораторий *BAMline* синхротрона BESSY II , где проходили измерения компьютерной томографии. Круг практических задач БЖД прежде всего обусловлен выбором принципов защиты, разработкой и рациональным использованием средств защиты человека и природной среды от воздействия техногенных источников и стихийных явлений, а также средств, обеспечивающих комфортное состояние среды жизнедеятельности. Охрана здоровья трудящихся, обеспечение безопасности условий труда, ликвидация профессиональных заболеваний и производственного травматизма составляет одну из главных забот человеческого общества.

### **6.1. Описание рабочего места**

Рабочие место расположено в Федеральном институте исследования и испытания материалов, Берлин, Германия. Рабочее место представляет собой конструкторское бюро с ПЭВМ. Однако во время проведения компьютерной томографии на синхротроне в лабораторий *BAMline* велась работа с

ионизирующим излучением, а также с различными электрическими приборами.

Под проектированием рабочего места понимается целесообразное пространственное размещение в горизонтальной и вертикальной плоскостях функционально взаимосвязанных средств производства (оборудования, оснастки, предметов труда и др.), необходимых для осуществления трудового процесса. При проектировании рабочих мест должны быть учтены освещенность, температура, влажность, давление, шум, наличие вредных веществ, электромагнитных полей и другие санитарно-гигиенические требования к организации рабочих мест.

Необходимыми требованиями являются обеспечение условий для безопасного ведения работ, соблюдение норм и правил техники безопасности, правил работы с электрооборудованием. Необходимо следить за концентрацией вредных веществ в воздухе, исправностью проводки, изоляции кабелей и пр., чтобы не допустить возникновения пожароопасных и взрывоопасных ситуаций.

При проектировании лаборатории необходимо уделить внимание и охране окружающей среды, а в частности, организации безотходного производства. Также необходимо учитывать возможность чрезвычайных ситуаций.

## **6.2. Анализ выявленных вредных проявлений факторов производственной среды**

На синхротроне, где находятся различные электроустановки, генераторы, а также источники ионизирующего излучения могут быть следующие вредные факторы: а) некомфортные метеоусловия; б) производственный шум; в) недостаточная освещенность; г) ионизирующее излучение

### **6.2.1. Метеоусловия**

Научные исследования, проводимые в ходе подготовки магистерской диссертации, относятся к категории работы Ia с интенсивностью энергозатрат до

120 ккал/ч (до 139 Вт), т.к. работы проводились в основном сидя и сопровождались незначительными физическими напряжениями [30].

Микроклимат в производственных условиях определяется следующими параметрами:

- 1) температура воздуха;
- 2) относительная влажность воздуха;
- 3) скорость движения воздуха.

Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений, общие требования и показатели, оптимальные и допустимые уровни микроклимата на рабочих местах устанавливают санитарные правила и нормы [30].

Оптимальные микроклиматические условия установлены по критериям оптимального теплового и функционального состояния человека. Они обеспечивают общее и локальное ощущение теплового комфорта в течение 8-часовой рабочей смены при минимальном напряжении механизмов терморегуляции, не вызывают отклонений в состоянии здоровья, создают предпосылки для высокого уровня работоспособности и являются предпочтительными на рабочих местах.

Оптимальные параметры микроклимата на рабочем месте соответствуют величинам, приведенным в таблице 6.1, применительно к выполнению работ категории Ia в холодный и теплый периоды года.

Таблица 6.1 – Оптимальные величины показателей микроклимата на рабочих местах производственных помещений

Период года	Категория работ	Температура воздуха, °С	Температура поверхностей, °С	Относит. влажность воздуха, %	Скорость движения, м/с
Холодный	Ia	22 – 24	21 – 25	60 – 40	0.1
Теплый	Ia	23 – 25	22 – 26	60 – 40	0.1

Для оптимизации микроклимата и состава воздуха в лаборатории обеспечены надлежащий воздухообмен и отопление, тепловая изоляция нагретых поверхностей оборудования, воздухопроводов и трубопроводов.

Так в кабинете осуществляется работа с ПЭВМ, поэтому перед началом и после каждого академического часа работы помещение проветривают. Однако на синхротроне, проветривание осуществляется с помощью вентиляционной системы, так как система безопасности на объекте не позволяет иметь открывающиеся окна. Это позволяет обеспечить улучшение качественного состава воздуха, в том числе и аэроионный режим.

Уровни положительных и отрицательных аэроионов в воздухе помещения соответствуют нормам, приведенным в таблице 5.2.

Таблица 6.2 – Уровни ионизации воздуха помещений при работе на  
ПЭВМ

Уровни	Число ионов в 1 см куб. воздуха	
	n+	n–
Минимально необходимые	400	600
Оптимальные	1500 – 3000	3000 – 5000
Максимально допустимые	50 000	50 000

### 6.2.2 Производственный шум

Предельно допустимый уровень ПДУ шума – это уровень фактора, который при ежедневной (кроме выходных дней) работе, но не более 40 часов в неделю в течение всего рабочего стажа, не должен вызывать заболеваний или отклонений в состоянии здоровья, обнаруживаемых современными методами исследований в процессе работы или в отдаленные сроки жизни настоящего и последующих поколений. Соблюдение ПДУ шума не исключает нарушения здоровья у сверхчувствительных лиц.

Допустимый уровень шума ограничен санитарными нормами «СН



2.2.4/2.1.8.562-96 Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки». Предельно допустимые уровни звукового давления в октавных полосах со среднегеометрическими частотами для двух типов работ представлены в таблице 6.3.

Таблица 6.3. Предельно допустимые уровни звукового давления, уровни звука и эквивалентные уровни звука [31]

Вид трудовой деятельности, рабочее место	Уровни звукового давления, дБ, в октавных полосах со среднегеометрическими частотами, Гц									Уровни звука и эквивалентные уровни звука (в дБА)
	31,5	63	125	250	500	1000	2000	4000	8000	
Рабочая деятельность в помещении проектно-конструкторских бюро	86	71	61	54	49	45	42	40	38	50
Рабочая деятельность на синхротроне (измерительные и аналитические работы в лаборатории)	93	79	70	68	58	55	52	52	49	60

Строительно-акустические методы защиты от шума предусмотрены строительными нормами и правилами (СНиП-II-12-77) это:

- звукоизоляция ограждающих конструкции, уплотнение по периметру притворов окон и дверей;
- звукопоглощающие конструкции и экраны;
- глушители шума, звукопоглощающие облицовки.

### 6.2.3 Освещенность

Согласно СНиП 23-05-95 разряд зрительной работы принят равным 4Б. В кабинете применена система общего равномерного освещения. В качестве

источников света для искусственного освещения помещения используются люминесцентные лампы, которые обладают большим сроком службы и высокой световой отдачей.

Благодаря этому, на рабочей поверхности отсутствуют резкие тени, которые создавали бы неравномерное распределение поверхностей с различной яркостью в поле зрения, искажало бы размеры и формы объектов различия, в результате чего повышалась бы утомляемость и снижалась производительность труда. Норматив общего искусственного освещения (по СНиП 23-05-95): 400 лк. Измерения на рабочем месте дали результат: 420 лк.

Средствами нормализации освещения производственных помещений и рабочих мест являются:

- источники света;
- осветительные приборы;
- световые проемы;
- светозащитные устройства;
- светофильтры.

#### **6.2.4 Ионизирующее излучение**

Синхротрон является источником электромагнитных волн широкого спектра, в том числе рентгеновского излучения. Ионизирующее излучение при воздействии на организм человека может вызвать два вида эффектов, которые клинической медициной относятся к болезням: детерминированные пороговые эффекты (лучевая болезнь, лучевой дерматит, лучевая катаракта, лучевое бесплодие, аномалии в развитии плода и др.) и стохастические (вероятностные) беспороговые эффекты (злокачественные опухоли, лейкозы, наследственные болезни). При работе с источниками ионизирующего излучения необходимо выполнять требования НБР-99 «Нормы радиационной безопасности». Основные пределы доз ионизирующего излучения для двух категорий населения

представлены в таблице 6.3

Таблица 6.3 – Основные пределы доз [32]

Нормируемые величины	Пределы доз	
	Персонал (группа А)	Население
Эффективная доза	20 мЗв в год в среднем за любые последовательные 5 лет, но не более 50 мЗв в год	1 мЗв в год в среднем за любые последовательные 5 лет, но не более 5 мЗв в год
Эквивалентная доза за год в хрусталике глаза	150 мЗв	15 мЗв
коже	500 мЗв	50 мЗв
кистях и стопах	500 мЗв	50 мЗв

Для обеспечения радиационной безопасности при нормальной эксплуатации источников излучения необходимо руководствоваться следующими основными принципами:

1) непревышение допустимых пределов индивидуальных доз облучения граждан от всех источников излучения (принцип нормирования);

2) запрещение всех видов деятельности по использованию источников излучения, при которых полученная для человека и общества польза не превышает риск возможного вреда, причиненного дополнительным облучением (принцип обоснования);

3) поддержание на возможно низком и достижимом уровне с учетом экономических и социальных факторов индивидуальных доз облучения и числа облучаемых лиц при использовании любого источника излучения (принцип оптимизации).

### **6.3. Анализ выявленных опасных проявлений факторов производственной среды**

#### **6.3.1 Факторы электрической природы**

Электротравматизм составляет значительную долю в общем числе несчастных случаев. Перед проведением работ на синхротроне каждый посетитель обязан пройти лекцию о электробезопасности, так как в помещении синхротрона находится множество электрических приборов.

Электробезопасность представляет собой систему организационных и технических мероприятий и средств, обеспечивающих защиту людей от вредного и опасного воздействия электрического тока, электрической дуги, электромагнитного поля и статистического электричества.

В отношении опасности поражения людей электрическим током различают: помещения без повышенной опасности, помещения с повышенной опасностью, особо опасные помещения.

В отношении опасности поражения людей электрическим током различают:

- Помещения без повышенной опасности, в которых отсутствуют условия, создающие повышенную или особую опасность.
- Помещения с повышенной опасностью, которые характеризуются наличием в них одного из следующих условий: сырость, токопроводящая пыль, токопроводящие полы, высокая температура, возможность одновременного прикосновения человека к имеющим соединение с землей металлоконструкциям, технологическим аппаратам, с одной стороны, и к металлическим корпусам электрооборудования – с другой.
- Особо опасные помещения, которые характеризуются наличием одного из следующих условий, создающих особую опасность: особой сырости, химически активной или органической среды, одновременно двух или более условий повышенной опасности. Территории размещения наружных электроустановок в отношении опасности поражения людей электрическим

током приравняются к особо опасным помещениям.

Несмотря на обилие электрических приборов в помещении синхротрона, помещение лаборатории относится к категории помещений без повышенной опасности, так как в ней не присутствует ни одного из вышеперечисленных условий опасности.

### **6.3.2 Факторы пожарной и взрывной природы**

Согласно НПБ 105-03 по взрывопожарной и пожарной опасности помещению бюро относится к категории Д («Негорючие вещества и материалы в холодном состоянии»).

По степени огнестойкости данное помещение относится к I-й степени огнестойкости по СНиП 21-01-97 (выполнено из кирпича, которое относится к трудно сгораемым материалам). Возможные причины пожара: перегрузка в электросети, короткое замыкание, разрушение изоляции проводников.

Для локализации или ликвидации загорания на начальной стадии в лаборатории используются первичные средства пожаротушения, которые предназначены для использования до прибытия пожарной команды.

Здание соответствует требованиям пожарной безопасности, а именно: есть охранно-пожарная сигнализация, план эвакуации, порошковый огнетушитель с поверенным клеймом, таблички с указанием направления к запасному (эвакуационному) выходу как представлено в приложении Г.

### **6.4 Охрана окружающей среды**

Охрана окружающей среды – это комплексная проблема и наиболее активная форма её решения – это сокращение вредных выбросов промышленных предприятий через полный переход к безотходным или малоотходным технологиям производства. Влияние производства на окружающую среду регламентируется рядом документов: 96-ФЗ «Об охране атмосферного воздуха», ГОСТ 17.2.1.01-76, СанПиН 2.1.6.1032-01.

Согласно СанПиН 42-128-4690-88 обезвреживание отходов происходит в соответствии со следующими пунктами:

1. Обезвреживание твердых и жидких бытовых отходов производится на специально отведенных участках или специальных сооружениях по обезвреживанию и переработке. Запрещается вывозить отходы на другие, не предназначенные для этого места, а также закапывать их на сельскохозяйственных полях.

2. Твердые бытовые отходы следует вывозить на полигоны (усовершенствованные свалки), поля компостирования, перерабатывающие и сжигательные заводы, а жидкие бытовые отходы – на сливные станции или поля ассенизации.

Во всех лабораториях, кабинетах и на территории исследовательского института присутствуют отдельные контейнеры для отходов бытового характера: отдельные мусорные баки для бумаги, стекла, металлических частей, пластика.

Отдельным вопросом стоит утилизация люминесцентных ламп. Люминесцентные лампы, которые обычно используются на предприятиях как лампы дневного света, содержат ртуть, и их утилизация должна быть исполнена в специальном порядке. Не допускается самостоятельное обезвреживание, использование, транспортирование и размещение отработанных ртутьсодержащих ламп потребителями. Для транспортировки отработанных ртутьсодержащих ламп используется специальная тара, обеспечивающая герметичность и исключающая возможность загрязнения окружающей среды. В местах сбора, размещения и транспортирования отработанных ртутьсодержащих ламп, в которых может создаваться концентрация ртути, устанавливаются специальные газосигнализаторы на пары ртути. Зоны возможного заражения необходимо снабдить средствами индивидуальной защиты органов дыхания, доступными для свободного использования в аварийных ситуациях. Использование отработанных ртутьсодержащих ламп осуществляют специализированные организации, ведущие их переработку, учет и отчетность

по ним. После переработки ламп, ртуть и другие содержащие вещества передаются в установленном порядке организациям - потребителям ртути и ртутьсодержащих веществ [33].

Также стоит рассмотреть вопрос защиты окружающей среды и выбросов в атмосферу. Институт, где проводилось исследование, не имеет прямых выбросов в атмосферу, но уменьшение энергопотребления на рабочем месте поможет уменьшить выбросы загрязняющих веществ. Это особенно актуально для научно-исследовательских институтов, так как масштабы энергопотребления в них колоссальны из-за использования специального оборудования. В Германии каждый потребитель электроэнергии может выбрать, какой тип энергии он хочет потреблять: традиционную (ТЭС, ГЭС) или нетрадиционную (солнечные батареи, ветряные электростанции). Очевидно, что второй вариант является менее экономически выгодным, чем первый, но спрос на нее в настоящее время достаточно растет. Конечно, масштабы потребления электроэнергии в институтах, где проводились исследования (BESSY II и BAM) велики и не могут быть покрыты только с использованием нетрадиционных источников энергии.

Если рассмотреть вопрос сбросов стоков в водоемы, то можно отметить, что в Германии действует закон о налоге за право сброса сточных вод (AbwAG) 1976 года (последняя редакция 1994г). Он предусматривает взимание налога за прямой сброс очищенных стоков в водоем. Уплата налога не освобождает от обязанности очищать сточные воды. Благодаря этому реализуется на практике принцип возмещения ущерба за счет виновного, так как те, кто сбрасывает стоки непосредственно в водоемы, обязан возмещать хотя бы часть издержек за пользование водными ресурсами окружающей среды. Налог зависит от количества и вредности определенных сбрасываемых вредных веществ.

Рассмотрим основные этапы очистки стоков. В случае, когда стоки промышленного предприятия содержат крупные частицы взвешенных веществ либо волокна, требуется тщательная предварительная очистка сточных вод, включающая в себя:

- Отстаивание сточных вод;

- Фильтрация через решетки или сетчатые фильтры;
- Подача стоков на гравийные фильтры (грубая очистка);
- Коагуляция (дозирование растворов солей железа либо алюминия);
- Извлечение из сточных вод вредных веществ специальными методами.

Далее проводится первая стадия обработки сточных вод. Существует множество различных способов первичной обработки стоков, с различной эффективностью:

- Механическая первичная очистки сточных вод;
- Реагентно-усиленная первичная обработка с низким дозированием химикатов;
- Первичная обработка взвешенных веществ;
- Биологическая очистка сточных вод.

Цель первичной обработки сточных вод – прежде всего механическая очистка, а также значительное снижение количества загрязнений. Данный этап является неоднозначным. Используемые в нем методы могут сильно отличаться по принципу очистки сточных вод.

Вторая стадия является основной стадией очистки стоков, на которой происходит извлечение большинства загрязняющих веществ. При обработке на данном этапе наряду с физико-химическими методами нередко применяют процессы биологической деградации отходов. Применяемых при вторичной обработке методов, как правило, бывает достаточно для очистки стоков. На данном этапе применяются более эффективные физико-химические методы очистки и обессоливания воды такие, как технологии ионного обмена, нанофильтрация и обратный осмос.



## **6.5 Защита в чрезвычайных ситуациях**

В случае возникновения на территории организации и за ее пределами чрезвычайных ситуаций природного и техногенного характера, а также других ситуаций, которые могут создавать угрозу жизни и здоровья персонала необходимо соблюдать все требования установленной в организации инструкции.

Наиболее вероятными чрезвычайными ситуациями на территории проведения научных исследований в рамках подготовки магистерской диссертации являются: ЧС техногенного характера, обрушения зданий и сооружений, различные нештатные ситуации.

### **6.5.1 Действие при взрывах и возгораниях**

При угрозе взрыва следует лечь на живот, защищая голову руками, подальше от окон, застекленных дверей, проходов, лестниц.

Каждый работник при обнаружении очага загорания или признаков горения (задымление, запах гари, повышение температуры и т. п.) должен: незамедлительно сообщить об этом по телефону «112». При этом назвать наименование объекта, место взрыва, пожара, количество пострадавших человек, а также свою фамилию; принять меры по эвакуации людей, тушению пожара и сохранности материальных ценностей.

Требования по использованию первичных средств пожаротушения: Углекислотные огнетушители предназначены для тушения загораний различных горючих веществ, за исключением тех, горение которых происходит без доступа воздуха, а также применяются для тушения электроустановок, находящихся под напряжением до 1000 В. Огнетушащее вещество – двуокись углерода.

Для приведения в действие углекислотных огнетушителей необходимо раструб направить на горящий предмет, сорвать пломбу, выдернуть чеку, нажать

на рычаг (или повернуть маховик вентиля влево до отказа), направить струю на пламя. Держать огнетушитель вертикально, переворачивать его не требуется.

Во избежание обмороживания не касаться металлической части раструба оголенными частями тела. При тушении электроустановок, находящихся под напряжением, не допускается подводить к ним раструб ближе 1 м.

Внутренние пожарные краны (ПК) предназначены для подачи воды при тушении твердых сгораемых материалов и горючих жидкостей. Внутренний ПК вводится в работу двумя работниками: один прокладывает рукав и держит наготове пожарный ствол для подачи воды в очаг горения, второй – проверяет подсоединение пожарного рукава ПК и открывает вентиль для поступления воды.

Асбестовое полотно, войлок (кошма) используются для тушения небольших очагов загорания любых веществ и материалов, горение которых не может происходить без доступа воздуха. Очаг загорания накрывается асбестовым или войлочным полотном для прекращения воздуха.

Песок применяется для механического сбивания пламени и изоляции горящего или тлеющего материала от доступа воздуха. Подается в очаг пожара лопатой или совком.

### **6.5.2 Мероприятия по предупреждению взрывов и возгораний**

Важными мерами по предотвращению взрывов и пожаров в производственных учреждениях являются правильный выбор электрооборудования и способов его монтажа с учетом пожароопасности окружающей среды, систематический контроль исправности защитных устройств и аппаратов на электрооборудовании, а также постоянный надзор за эксплуатацией электроустановок и электросетей силами электротехнического персонала.

В случаи лабораторий, где необходимо использовать химические вещества, нужно запретить хранение, транспортировку и содержание на рабочих

местах огнеопасных жидкостей и растворов в открытых емкостях в объемах превышающих необходимое количество в день. Также каждый год для всего коллектива необходимо проводить инструктаж о правилах пожарной безопасности.

### **6.5.3. Мероприятия по предупреждению поражения электрическим током**

Смертельно опасным для жизни человека считают ток, величина которого превышает 0,05А, ток менее 0,05А – безопасен (до 1000 В). В соответствии с правилами электробезопасности в помещении должен осуществляться постоянный контроль состояния электропроводки, предохранительных щитов, шнуров, с помощью которых включаются в электросеть компьютеры, осветительные приборы, другие электроприборы.

В помещении применяются следующие меры защиты от поражения электрическим током: недоступность токоведущих частей для случайного прикосновения, все токоведущие части изолированы и ограждены, а ограждение имеет блокировку, отключающую подачу электроэнергии в случае снятия ограждения. В месте работы с оборудованием на пол постелено резиновое покрытие. Токоведущие части надежно изолированы, применены защитные ограждения (кожухи, крышки, сетки и т.д.), токоведущие части расположены на недоступной высоте. В установках напряжением до 1000 В достаточную защиту обеспечивает применение изолированных проводов. В лаборатории осуществлена защита заземлением: пробой на корпус превращается в пробой на землю, при этом возникает поле растекания тока, что обеспечивает снижение величины напряжения прикосновения до безопасной величины.

## **6.6 Правовые и организационные вопросы обеспечения безопасности.**

### **Организационные мероприятия при компоновке рабочей зоны**

При компоновке рабочего места с ПЭВМ были соблюдены следующие требования:

1. расстояние между рабочими столами с видеомониторами (в направлении тыла поверхности одного видеомонитора и экрана другого видеомонитора), не менее 2.0 м, а расстояние между боковыми поверхностями видеомониторов – не менее 1.2 м;

2. рабочее место с ПЭВМ размещено в изолированном кабинете с организованным воздухообменом, так как в лаборатории присутствуют источниками вредных производственных факторов;

3. экран видеомонитора находится от глаз пользователя на расстоянии 600 – 700 мм и не ближе 500 мм с учетом размеров алфавитно-цифровых знаков и символов;

4. конструкция рабочего стола обеспечивает оптимальное размещение на рабочей поверхности используемого оборудования с учетом его количества и конструктивных особенностей, характера выполняемой работы;

5. конструкция рабочего стула обеспечивает поддержание рациональной рабочей позы при работе на ПЭВМ, позволяет изменять позу с целью снижения статического напряжения мышц шейно-плечевой области и спины для предупреждения развития утомления;

6. поверхность сиденья, спинки и других элементов стула является полумягкой, с нескользящим, слабо электризующимся и воздухопроницаемым покрытием.

Требования к оборудованию, производственным процессам, помещениям, рабочим местам представлены:

1. СанПиН 2.2.2/2.4.1340-03. Гигиенические требования к персональным электронно-вычислительным машинам и организации работы.
2. СНиП 23-05-95. Естественное и искусственное освещение.

3. Трудовой кодекс, ст. 215. Закон «О техническом регулировании»
4. ГОСТ 12.2.003-91. Система стандартов безопасности труда. Оборудование производственное. Общие требования безопасности.
5. Стандарты требований безопасности к производственному оборудованию (группа 2 ССБТ).
6. ГОСТ 12.3.002-75 Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности (с изм. от 23.11.90 г.).
7. Стандарты требований безопасности к производственному оборудованию (группа 2 ССБТ).
8. ГОСТ 12.3.002-75. Система стандартов безопасности труда. Процессы производственные. Общие требования безопасности (с изм. от 23.11.90 г.).
9. Стандарты требований безопасности к производственным процессам (группа 3 ССБТ).
10. Требования к аттестации рабочих мест по условиям труда:
11. Трудовой кодекс, ст.146, 212.
12. ПМТ № 12 от 14.03.97 г. О проведении аттестации РМ по условиям труда.
13. Руководство Р 2.2.755-99. Гигиенические критерии оценки и классификации условий труда по показателям вредности и опасности факторов производственной среды, тяжести и напряженности трудового процесса

## Заключение

В результате выполнения магистерской диссертации все поставленные задачи были выполнены:

- Была проведена компьютерная томография и анализ образцов до и после испытания на сжатие
- Было изучено влияние термической обработки на все составляющие материала: все фазы кроме эвтектического кремния являются термически стабильными. Для материала только с волокнами оксида алюминия частицы кремния теряют взаимосвязь после термической обработки и становятся сферическими. В то время как для материала с добавлением волокон карбида кремния, частицы кремний не уменьшают свою взаимосвязанность, что объясняется большей объемной долей усиливающей фазы (22% против 15%), которая играет роль физического барьера для кремния.
- Анализ повреждения в образцах после испытания на сжатие показал, что повреждения зависят от ориентации плоскости волокон относительно приложенной нагрузки. В случае, когда плоскость волокон параллельно нагрузке, материал имеет минимальные повреждения частиц кремния и неповрежденные волокна. В то время как при перпендикулярной ориентации плоскости волокон к нагрузке, волокна имеют обширные повреждения (фрагментация).
- Анализ распределения нагрузки во время теста на сжатие также подтвердил различное поведение материала в зависимости от ориентации плоскости волокон.

### **Список публикаций**

1. The role of reinforcement orientation on the damage evolution of AlSi12CuMgNi + 15% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> under compression. Sandra Cabeza, Tatiana Mishurova, Giovanni Bruno, Gerardo Garcés, Guillermo Requena. Scripta Materialia 2016 – accepted.
2. Characterization of Multiphase Metal Matrix Composites by Means of CT and Neutron Diffraction. 19<sup>th</sup> World Conference on Non-Destructive Testing 2016. Sandra Cabeza, Tatiana Mishurova, Giovanni Bruno.

## Список используемой литературы

1. Aluminium - Specifications, Properties, Classifications and Classes. [Electronic resource]]/ URL: <http://www.azom.com/> (Date of access: 23.10.2015).
2. L.F. Mondolfo. Aluminum Alloys: Structure and Properties. Butterworths, London-Boston, 1976.
3. V.S. Zolotarevsky, N.A. Belov, M.V. Glazoff. Casting Aluminum Alloys. Elsevier, New York, 2007.
4. Three-dimensional Rigid Multiphase Networks Providing High-temperature Strength to Cast AlSi10Cu5Ni1-2 Piston Alloy/ Z. Asghar, G. Requena, E. Boller// Acta Materialia, 2011, vol.59, P.6420-6432.
5. G. Requena, G. Garcés, R. Fernández and M. Schöbel. Determination of Internal Stresses in Lightweight Metal Matrix Composites, Neutron Diffraction/ Prof. Irisali Khidirov (Ed.), ISBN: 978-953-51-0307-3, 2012, InTech.
6. D. B. Miracle, S. L. Donaldson. ASM Handbook. Composites, vol. 21, 2001.
7. K. U. Kainer. Metal Matrix Composites: custom-made materials for automotive and aerospace Engineering. Wiley-VCH, 2006.
8. University of Cambridge. Material selection and properties. [Electronic resource]/ URL <http://www-materials.eng.cam.ac.uk/mpsite/> (Date of access: 23.11.2015).
9. The Effect of the Connectivity of Rigid Phases on Strength of Al–Si Alloys. /G. Requena et al.// Adv. eng. mater, 2010, vol.13, P. 674-684.
10. Enhanced Young's Modulus of Al-Si Alloys and Reinforced Matrices by Continuous Structures / F. Lasagni, H. P. Degischer // Journal of composite materials, 2009, vol.1, P. 739-755.
11. Microtomographic Study of the Evolution of Microstructure during Creep of an AlSi12CuMgNi Alloy Reinforced with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Short Fibres / G. Requena et al// Materials Science and Engineering A, 2008, vol. 487, P. 99–107.
12. S. Suresh, A. Mortensen, A. Needleman. Fundamentals of Metal Matrix Composites. Stoneham (MA): Butterworth-Heinemann, 1993.



13. The Effect of Eutectic Si on the Strength of Short-fibre-reinforced Al / G. Requena et al// *Acta Materialia*, 2009, vol. 57, P. 3199-3212.
14. Three dimensional post-mortem study of damage after Compression / Z. Asghar, G. Requena// *Materials Science and Engineering A*, 2014, vol. 594, P. 136-143.
15. The Effect of Spheroidisation Heat Treatment on the Creep Resistance of a Cast AlSi12CuMgNi Alloy / R. Fernández-Gutiérrez, G. Requena // *Materials Science and Engineering A*, 2014, vol. 598, P. 147-153.
16. NDT Resource Centre [Electronic resource]/ URL <https://www.nde-ed.org> (Date of access: 15.11.2015).
17. X-ray Tomographic Imaging of the Complex Refractive Index / P. J. McMahon, et al. // *Applied Physics Letter*, 2003, vol. 83, P. 1480-1483.
18. J. Banhart. *Advanced Tomographic Methods in Materials Research and Engineering*. Oxford University Press Inc., New York, 2008.
19. Hemholz Zentrum Berlin. [Electronic resource]/ URL [http:// www.helmholtz-berlin.de/](http://www.helmholtz-berlin.de/) (Date of access: 10.09.2015).
20. M. T. Hutching, A.D. Krawitz. *Measurement of Residual and Applied Stress Using Neutron Diffraction*, NATO ASI series, 1992, 561.
21. R. E. Whan. *ASM Handbook. Materials Characterizations*, vol. 10, 1998.
22. Residual stresses in deformed random-planar aluminium/Saffil® short-fibre composites/ G. Garces, G. Bruno, A. Wanner // *Materials Science and Engineering A*, 2006, vol. 417, P. 73–81
23. M. T. Hutching, P.J. Withers, T.M. Holden, T. Lorentzen. *Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction*, CRC press, 2005.
24. M.E. Fitzpatrick, Alain Lodini. *Analysis of Residual Stress by Diffraction using Neutron and Synchrotron Radiation*, CRC Press, 2003, 400.
25. Substances and Technologies. [Electronic resource]/ URL <http://www.substech.com/> (Date of access: 15.09.2015).

26. ANKAphase: software for single-distance phase-retrieval from inline X-ray phase contrast radiographs / T. Weitkamp, D. Haas, D. Wegrzynek // Journal of Synchrotron Radiation, 2011, vol. 18, P. 617-629.
27. Avizo. [Electronic resource]/ URL <http://www.vsg3d.com/> (Date of access: 15.09.2015).
28. Rotatable multifunctional load frames for neutron diffractometers at FRM II— design, specifications and applications / M. Hoelzel et al. / Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A // 2013, vol. 711, P. 101-105.
29. Internal Stress Evaluation in a Random-planar Short Fiber Aluminum Composite /Garces G, Bruno G, Wanner A // Scripta Mater, 2006, vol. 55, P. 163.
30. СанПиН 2.2.4.548-96. 2.2.4. Физические факторы производственной среды. Гигиенические требования к микроклимату производственных помещений. Санитарные правила и нормы.
31. СН 2.2.4/2.1.8.562-96 Шум на рабочих местах, в помещениях жилых, общественных зданий и на территории жилой застройки»
32. СП 2.6.1 – 758 – 99. Нормы радиационной безопасности, НРБ – 99. М.: Центр санитарно – эпидемиологического нормирования, гигиенической сертификации и экспертизы Минздрава России, 1999.
33. Постановление Правительства РФ от 03.09. 2010 №681 "Об утверждении Правил обращения с отходами производства и потребления в части осветительных устройств, электрических ламп, ненадлежащие сбор, накопление, использование, обезвреживание, транспортирование и размещение которых может повлечь причинение вреда жизни, здоровью граждан, вреда животным, растениям и окружающей среде".

**Приложение А**  
**(обязательное)**  
**SWOT-анализ**

Таблица А – SWOT-анализ

	<p><b>Сильные стороны научного проекта:</b>  С1. Характеристика объемной микроструктуры - улучшенная статистика количественных измерений;  С2. Использование нейтронов - возможность применения на большинстве материалов;  С3. Проведение экспериментов in-situ – больше возможностей для механических тестов;  С4. Квалифицированный персонал;</p>	<p><b>Слабые стороны научного проекта:</b>  Сл1. Дороговизна получения измерений на реакторе;  Сл2. Ограниченность во времени измерений;  Сл3. Подготовка специальных образцов для КТ;  Сл4. Трудоемкая обработка данных.</p>
<p><b>Возможности:</b>  В1. Увеличение финансирования;  В2. Появление новых инструментов для анализа данных;  В3. Измерения на разных экспериментальных линиях.</p>	<p>В2С1С2С3С4:  Благодаря появлению/разработки новых инструментов для анализа данных, применение используемых методов расширится и привлечет больше интереса со стороны потребителей.  В3С3С4:  Измерения на разных инструментах расширит возможности эксперимента и также знакомство с людьми в</p>	<p>В1Сл1Сл2Сл4:  Увеличение финансирования позволит нанять больше персонала и увеличить количество измерений.</p>

	каждом месте, позволит расширить сеть заказчиков и привлечь больше персонала.	
	При повышении стоимости конкурентных разработок низкие ресурсозатраты рассматриваемой системы позволят сэкономить денежные средства заказчикам.	
<p><b>Угрозы:</b></p> <p>У1. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования;</p> <p>У2. Технические проблемы во время измерений;</p> <p>У3. Недостаток персонала для обслуживания и для обработки данных.</p>	<p>У2С4: In-situ измерения позволят получать результаты для публикаций и последующим привлечением заказчиков.</p> <p>У3С4: Квалифицированный персонал поможет предотвратить угрозу недостатка персонала с помощью обучения студентов и аспирантов.</p>	

**Приложение Б**  
**(обязательное)**  
**Календарный план проекта**

Таблица Б – Календарный план проекта

Этап	Название	Длительность, дни	Дата начала работ	Дата окончания работ	Состав участников
1	Составление и утверждение ТЗ	1	15.07.15	15.07.15	НР – 100% И – 0%
2	Подбор и изучение материалов по тематике	10	16.07.15	25.07.15	НР – 50% И – 100%
3	Измерения на синхротроне	7	26.07.15	01.08.15	НР – 50% И – 50%
4	Обработка результатов измерения (КТ)	60	02.08.15	30.09.15	НР – 50% И – 100%
5	Измерения на реакторе	7	01.10.15	06.10.15	НР – 100% И – 100%
6	Обработка результатов измерений (дифракция)	55	06.10.15	29.11.15	НР – 50% И – 100%
7	Обсуждение, анализ данных	25	30.11.15	24.12.15	НР – 100% И – 100%
8	Оформление графического материала	10	25.12.15	03.01.16	НР – 0% И – 100%
9	Подведение итогов	10	04.01.16	13.01.16	НР – 100% И – 100%

**Приложение В**  
**(обязательное)**  
**Диаграмма Ганта**

Таблица В – Диаграмма Ганта

Этап	Вид работ	Т <sub>к</sub> , кал. дн.	Продолжительность выполнения работ																			
			2015 г.																			
			июль			авг.			сент.			окт.			ноя.			дек.			Янв.	
1	Составление и утверждение ТЗ	1																				
2	Подбор и изучение материалов по тематике	10																				
3	Измерения на синхротроне	7																				
4	Обработка результатов измерения (КТ)	60																				

5	Измерения на реакторе	7																				
6	Обработка результатов измерений (дифракция)	55																				
7	Обсуждение, анализ данных	25																				
8	Оформление графического материала	10																				
9	Подведение итогов	10																				



- НР



- И

# Приложение Г

(обязательное)

План эвакуации

## Flucht- und Rettungsplan





**Приложение Д**  
**(обязательное)**

**Раздел 1. Literature review**  
**(Обзор литературы)**

**Раздел 3. Experimental**  
**(Материалы и методы исследования)**

Студент:

Группа	ФИО	Подпись	Дата
1БМ4Н	Мишурова Татьяна Александровна		

Консультант кафедры ТПС:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Данейкина Наталья Викторовна			

Консультант – лингвист кафедры ИЯНК:

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Устюжанина Анна Константиновна	Кандидат филологических наук		

## 1. Literature review

### 1.1. Materials

#### 1.1.1. Al and Al-Si alloy

Aluminium is a soft, ductile, nonmagnetic metal. Aluminium has a density around one third of steel or copper, making it one of the lightest commercially available metals. Due to low density and good corrosion resistant, aluminium have wide application in aerospace, transportation and construction. The properties of aluminium are presented in Table 1.1.

Table 1.1 - The properties of aluminium [1].

Property	Value
Atomic Number	13
Atomic Weight (g/mol)	26.9
Crystal Structure	FCC
Melting Point (°C)	660.2
Co-Efficient of Linear Expansion (0-100°C) ( $\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ )	23.5
Electrical Resistivity at 20°C ( $\Omega.\text{cm}$ )	2.7
Density ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	2.7
Modulus of Elasticity (GPa)	68.3
Poissons Ratio	0.34

Silicon is one of the most common additions to aluminium alloys, to which it imparts fluidity in casting and welding, and high mechanical properties through the formation of compounds that make the alloys heat treatable [2]. Fig.1.1 shows the phase diagram of the system Al-Si.

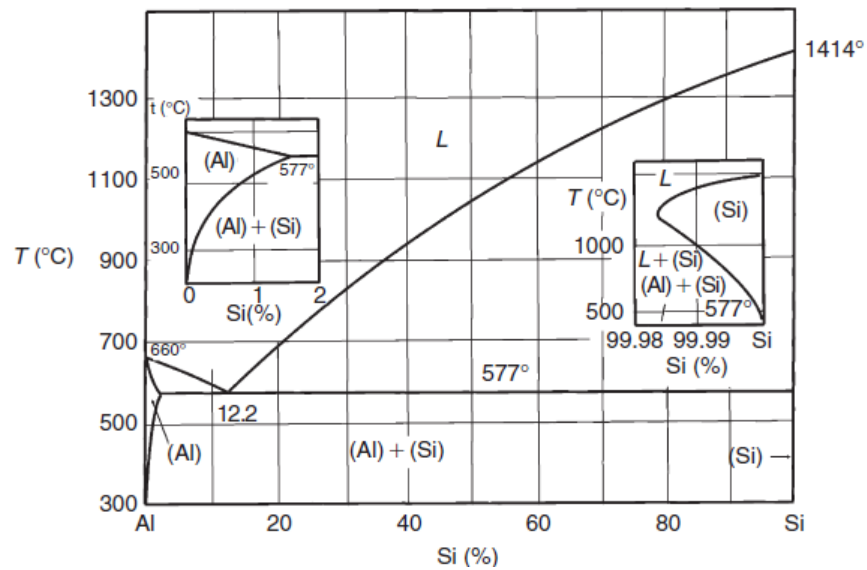


Figure 1.1 - Phase diagram of the system Al-Si [3].

Binary Al-Si alloys are non-heat treatable, but additional alloying with magnesium and copper makes these alloys susceptible to quenching and aging. Silicon is introduced into aluminium alloys due to the formation of the Al-Si eutectic. This eutectic defines many of the Al-Si alloys properties. Therefore the total Si concentration could be divided into two components: the first represents Si in the aluminium matrix; the second component represents Si in constituent particles/phases [3].

The alloy Al-Si is presently used in combustion engines blocks. The gas temperature within a combustion chamber of a diesel engine can reach up to 300–400 °C with thermal cycles of  $\Delta T = 220$  °C occurring in each combustion cycle. The temperature amplitude during start-up may reach 300 °C, and therefore high-temperature strength and thermal fatigue resistance are important requirements for the design of piston alloys [4].

### 1.1.2. Metal matrix composites

A metal matrix composite (MMC) is defined as a material in which one constituent, the matrix, is a metal or alloy forming at least one percolating network.

The other pre-existing constituents or their derivatives are embedded in this metal matrix and play the role of reinforcement phases [5].

MMCs have wide application in structural applications, and in applications requiring wear resistance, thermal management, and weight savings [6]. The possibility of combining different alloys and phases gives the opportunity for variation of properties in the new material, which determine by properties of each component [7].

Fig. 1.2 shows the Ashby map comparing different composite systems considering their strength to density ratio. Aluminium composites present an attractive high value of this ratio. This makes them interesting for light weight parts and structures. Specially, they show high wear resistance when combined with ceramic reinforcement as well as high mechanical properties of mechanical strength and creep resistance [11].

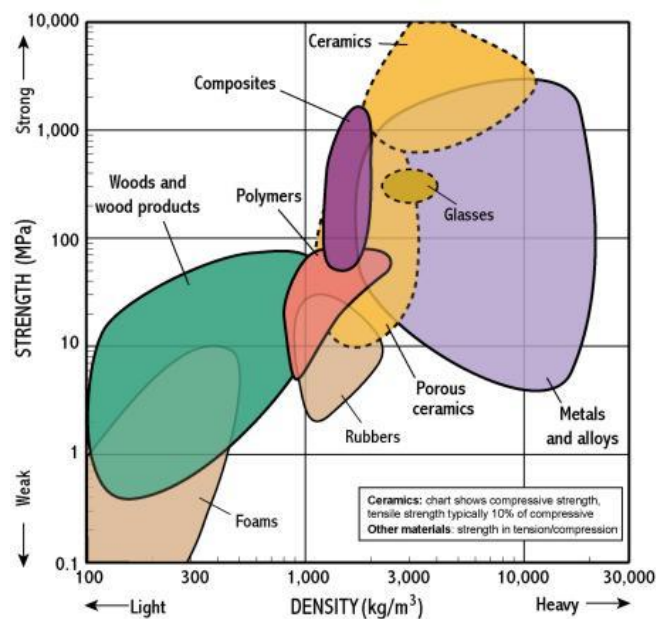


Figure 1.2 - Ashby map for strength versus density of different families of materials [8].

### 1.1.3. Microstructure and mechanical behaviour of MMC

The mechanical and physical properties of MMCs are strongly influenced by the physical properties of the reinforcement and by the geometrical arrangement of all the constituents [9]. In that sense, MMC could be classified into two groups according

reinforcement: continuously and discontinuously reinforced MMC. The addition of hard ceramic particles increases tensile strength (Fig. 1.3a) and stiffness (Fig. 1.3b) in the respect to aluminium matrix, but ductility is decreased. The addition of graphitic particles decreases both strength and ductility (Fig. 1.3a), hence those particles are softer then matrix.

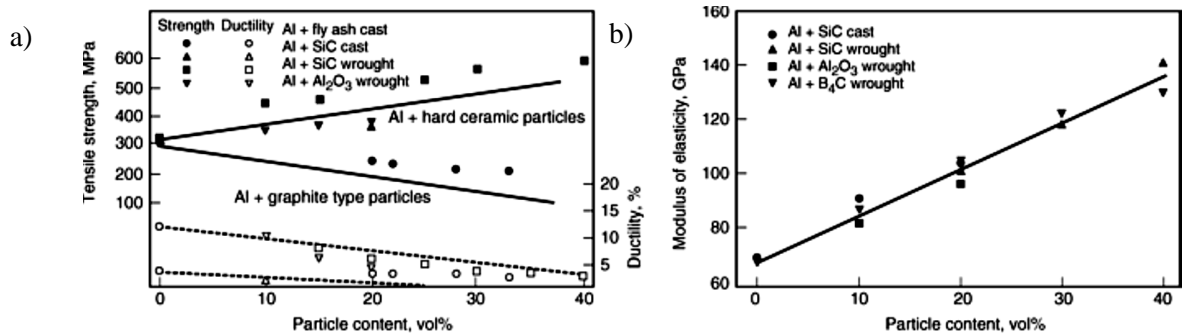


Figure 1.3 - The effect of particulate concentration on the properties of Al-MMCs: a) strength and ductility, b) modulus of elasticity [6].

The study of MMC based on planar randomly oriented 10-20% Saffil® Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> short fibres with Al-Si matrix was started by Dr. Requena and collaborators [3,4,8,10,11-14]. Their results show that the eutectic Si presents a 3D interconnected structure within the volume [9], which promotes additional strength and could play a significant role in the mechanical behaviour. The addition of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> short fibres or SiC particles to the Al-Si matrices enhances the formation of a continuous rigid structure composed of Si-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> networks in the as cast conditions, which improves the Young's modulus of the MMC considerably [10]. The eutectic Si forms bridges between fibres (Fig.1.4), which increases the interconnectivity of the whole structure. Such interconnected 3D structure lead to the increase of load bearing capacity and to the decrease of the creep rate [11]. However, the evolution of the morphology of eutectic Si during heat treatments near the eutectic point showed that the interconnectivity was lost and eutectic Si became more spherical [9]. Tailoring the alloy composition with additions such as Ni, Cu and Mg enhanced the formation of intermetallic particles that act as reinforcement, as well as being stable at high temperatures.

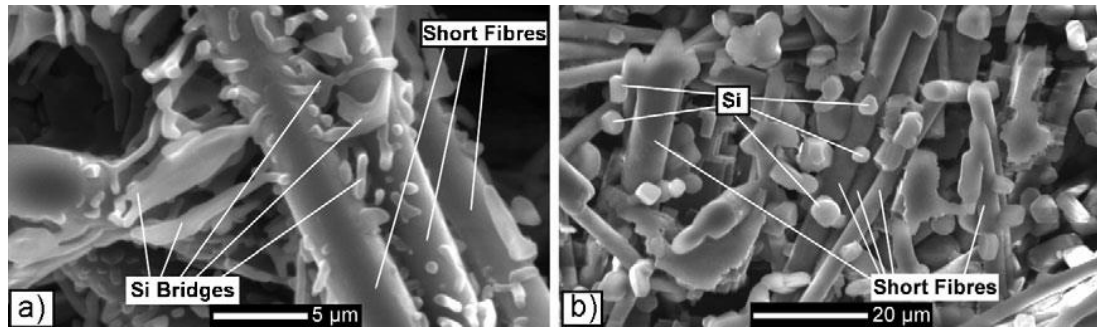


Figure 1.4 - Si bridges connecting the  $\text{Al}_2\text{O}_3$  short fibres: a) AlSi12/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ /20s without heat treatment, b) AlSi12/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ /20s after heat treatment [9].

Although MMC are excellent candidates for advance structural materials, they could present limited ductility or even brittleness because of their tendency to failure at the interface matrix-reinforcement [12]. Internal damage strongly depends on the direction of the applied stress (parallel or perpendicular to the fibre) as well as on its sign (tension and compression). The plastic deformation of MMC reinforced with short fibres is strongly affected by two competing mechanisms [13]:

- 1) The load transfer from the soft matrix to the stiff short fibres under an applied load;
- 2) The internal damage reducing the load-bearing capacity of the fibres in the form of fibre fragmentation, buckling and debonding.

## 1.2. Tomography

### 1.2.1. X-ray tomography

Computed Tomography (CT) is a powerful non-destructive evaluation technique which yields 2-D and 3-D cross-sectional images of an object from flat X-ray images. Characteristics of the internal structure of an object such as dimensions, shape, internal defects, and density are readily available from CT images [16].

During interaction between matter and radiation, intensity and phase of X-ray change. Thus the complex refraction index of the electromagnetic wave (eq.1) is modified.

$$n = 1 - \delta + i\beta \quad (\text{Eq. 1})$$

where  $\delta$  –the phase shift of the wave (relevant for the phase contrast tomography),  $\beta$  –directly proportional to the attenuation coefficient (relevant for the absorption contrast tomography) [17].

Different phases of a material could be distinguished by means of absorption contrast, which is given by the attenuation of x-ray passing through a multiphase material. The decrease of intensity could be calculated according Beer-Lambert law:

$$I(y, z) = I_0 \exp \left[ - \int_0^d \mu(x, y, z) dx \right] \quad (\text{Eq. 2})$$

where  $I_0$  is the intensity intact intensity,  $d$  is the thickness,  $\mu$  is the linear attenuation coefficient.

Each tomogram consists of many radiographic projections that are taken from different angular positions. These projections are used to reconstruct a complete 3D image with the local mass distribution in the sample. There are different methods of reconstruction but the most common one is the so called algorithm of filtered backprojection [18].

### 1.2.2. Synchrotron tomography

Synchrotron radiation results whenever electrons are accelerated to near the speed of light and then forced to travel in a circle. In the process, they tangentially emit photon packets or light pulses (Fig. 1.5). The wavelengths range of synchrotron radiation is from terahertz to visible light to hard X-rays. The photon intensity is increasing by using different electromagnetic elements such as undulators, bending magnets, and wigglers [19].

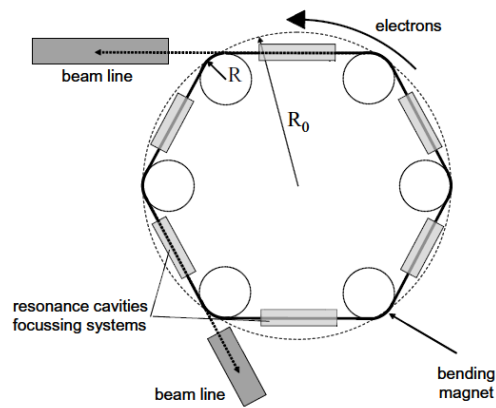


Figure 1.5- Schematic representation of a second-generation synchrotron radiation source [18].

Usually synchrotron installations have many beam lines for different methods of investigation. CT is one of the basic tools at each synchrotron installation. Synchrotron micro-computed tomography ( $\mu$ -CT) is a powerful tool for the characterisation of complex microstructures. At high spatial resolution monochromatic parallel X-ray beam passes through sample, is collected by scintillator and then to CCD camera, which records 2D projections. Magnifying optics are used in setups between the scintillator and the camera in order to increase resolution for small samples. Fig. 1.6 shows schematic setup used for synchrotron tomography.

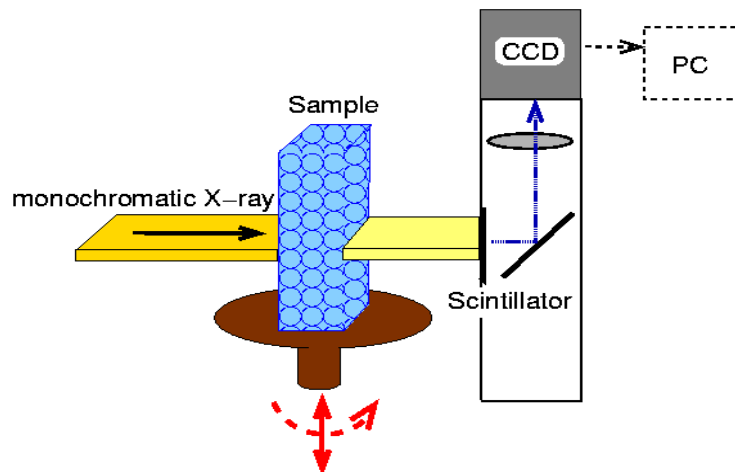


Figure 1.6 – Schematic representation of the setup used for synchrotron tomography.



Synchrotron  $\mu$ -CT -in comparison to cone beam CT- has several advantages high signal-to-noise ratio, no beam hardening artefacts and less acquisition time (only half of full rotation).

### 1.3. Residual stress characterisation

#### 1.3.1. Definition of residual stresses

Residual stress is present in composite materials due to the different coefficients of thermal expansion between phases (local scale). Furthermore, fabrication and machining processes also induce residual stresses in the final products and samples (global scale). Therefore it is of great relevance to characterise those stresses in order to assess the operational life of components. In the particular approach of material design, the comparison after different heat treatments is also interesting in terms of efficiency of those treatment, since they are supposed to release macro residual stresses.

Usually, internal stresses are divided into three categories (Fig. 1.7) [5]:

- Type I – Macro stresses. These stresses are acting over a length of the specimen and they are usually produced by thermo-mechanical processing of the material. An important note here is that macro stresses balance throughout the body:

$$\int \sigma_{ij} dV = 0 \quad (\text{Eq. 3})$$

where  $\sigma_{ij}$  –represents stress component  $ij$  and  $V$  – volume of the body.

- Type II – Micro stresses. Origin of these stresses come from inhomogeneities in the material. They are related to a length scale of the inhomogeneity (e.g. grain of reinforcement). Micro stresses could arise due to different reasons, e.g. inhomogeneous distribution of plastic deformation on a micro scale, thermal/elastic mismatch between phases, crystallographic texture, etc. The equation represents the condition of balance for micro stresses without external load:

$$\sum_{i=1}^n f_i \sigma_{jki} = 0 \quad (\text{Eq. 4})$$

where  $\sigma_{jki}$  represents the mean microstress component  $jk$  for the phase  $i$  and  $f_i$  is volume fraction of phase  $i$ .

- Type III – Microstresses. This type presents stresses in the smallest length scale, e.g. stress fields around dislocations or within dislocation tangles, intragranular stresses, vacancies or coherent precipitates, etc.

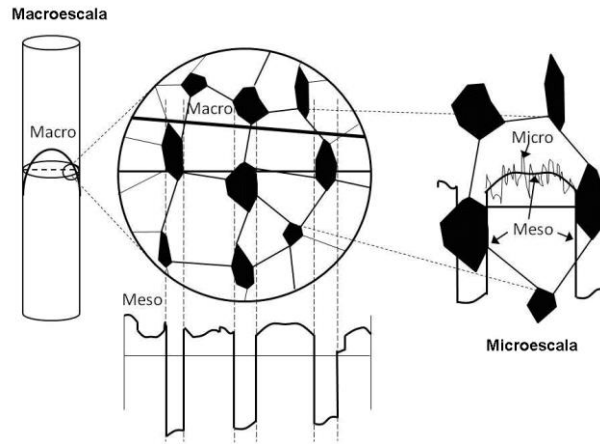


Figure 1.7 – Schematic view of the residual stresses in different structural scales [5].

At any point on the specimen the stress state could be described for a given system of coordinates by the stress tensor:

$$\sigma_{ij} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{12} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{13} & \sigma_{23} & \sigma_{33} \end{bmatrix} \quad (\text{Eq. 5})$$

The stress tensor is symmetric ( $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$ ) and the diagonal elements of tensor are the normal components of stress, while non-diagonal elements are shear components. For each tensor exists a coordinate system at which all non-diagonal components of tensor vanish. In this case, the diagonal elements are called the principal stresses [20].

### 1.3.2. Neutron diffraction technique

Neutrons could be produced by a steady state (fission reactor) or spallation (pulsed) source. The neutron beam emitted by the fission reactor present a broad wavelength distribution, but usually for many experiments only one wavelength is selected by using monochromators [21].

Neutron diffraction is a non-destructive technique for characterising residual strain. It is particularly suited for the problem of three-dimensional strain measurement, especially in multiphase materials. Due to large penetration depth of neutrons, they allow lattice strain measurements in the bulk of the specimen under investigation, thus avoiding unwanted surface effects [22]; furthermore, diffraction does not depend directly on atomic number as in case of X-ray diffraction, therefore material with low atomic number can be analysed.

Bragg's law defines the condition [23], when diffraction could occur:

$$\lambda = 2d \sin(\theta) \quad (\text{Eq. 6})$$

where  $\lambda$  –wavelength;  $d$  –lattice spacing;  $\theta$  –diffraction angle.

Measurements comprehend a monochromatic neutron beam from the reactor passing through a slit collimator, which defines the direction of the beam (Fig. 1.8). Then, the helium detector counts neutrons scattered by specific lattice planes, again with the scattered beam direction defined by a slit assembly. The gauge volume is then defined as the intersection between incident and scattered beam. The measurement provides an average over the gauge volume. In order to measure profiles on large samples, those need to be moved so the gauge volume is measured at different points [20].

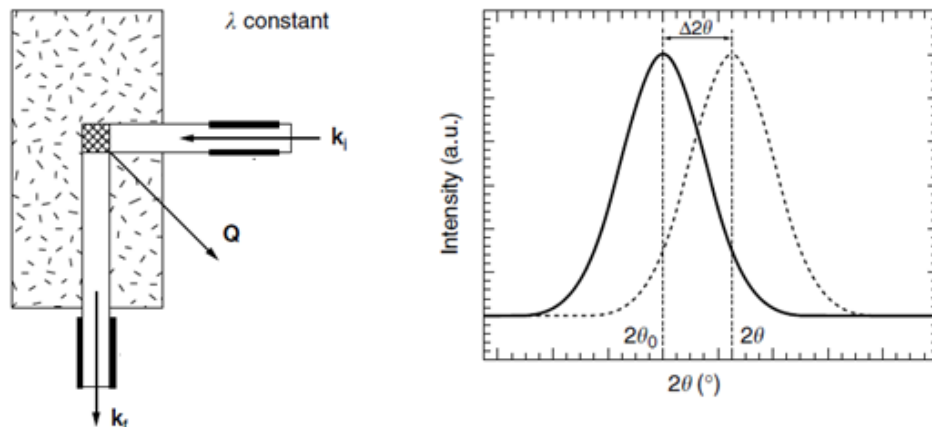


Figure 1.8 – Principle of strain measurement by means of neutron diffraction:

$k_i$  - incident beam,  $k_f$  - scattered beam,  $Q$  - scattering vector [24].

For each measurement the shift of peak position from the peak position in absence of stress could be calculated. Therefore it is important to characterise a stress-free reference sample. The elastic strain can be calculated by the shift in the position of the diffraction peak:

$$\varepsilon = \frac{d-d_0}{d_0} = -(\theta - \theta_0) \cot \theta_0 \quad (\text{Eq. 7})$$

where  $d_0, \theta_0$  is lattice spacing/diffraction angle in absence of stress and  $d, \theta$  is the lattice spacing/diffraction angle measured for the sample under investigation.

Nevertheless, it needs to be emphasized that some geometrical effects could influence the diffraction signal. The intensity and position of the diffraction peak depend not only on the internal stress state, but also on absorption effects and on the position of contributing crystals within the gauge volume that fulfil the Bragg condition [5]. Texture –preferential orientation of the grains- could also influence on the result and should be taken into account during the selection of the set up geometry.

### 3. Experimental methods

#### 3.1. Materials

Two types of aluminum metal matrix composites were investigated in present study: Type I) AlSi12CuMgNi alloy reinforced with 15% vol of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  fibres (3 phases: Al matrix, eutectic Si and alumina fibres), and Type II) AlSi12CuMgNi alloy reinforced with 7% vol of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and 15% vol SiC whiskers (4 phases: Al matrix, eutectic Si, alumina fibres and SiC whiskers). The study of the matrix alloy and of type I composite served as a benchmark of parameters and properties for the 4-phase composite, considering SiC contributions. Experimental composition of matrix alloy obtained by X-ray fluorescence presented in Table 3.1.

Table 3.1 - Alloy composition (wt%) [4]

Element	Al	Si	Cu	Mg	Ni	Fe	Mn	Zn	Ti
---------	----	----	----	----	----	----	----	----	----

Mass	Bal.	11-13	0.8-	0.8-	1.3	0.7	0.3	0.3	0.2
[%]			1.3	1.3					

Composites were produced by means of squeeze casting (Fig. 3.1). This manufacturing process is based on a forced infiltration of a liquid phase of metal into a preform of reinforcement fibres. A movable mould applies pressure on the molten metal, thus forcing it to penetrate into the preformed dispersed phase, placed into the lower fixed mould part. The applied pressure and the instant contact of the molten metal with the die surface produce a rapid heat transfer, which yields a pore-free fine-grain casting [6]. The  $\text{Al}_2\text{O}_3$  fibres were oriented randomly within XY plane due to the preform configuration, while SiC whiskers are distributed randomly within the sample volume.

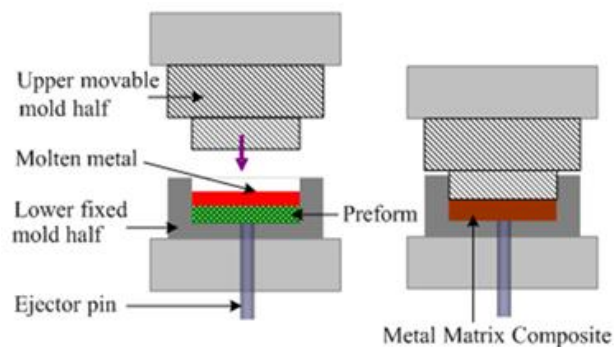


Figure 3.1-Scheme of squeeze casting infiltration process [25].

Mechanical properties of each phase in composite are presented in Table 4.2.

Table 3.2 - Materials properties of the component phases [13].

	<b>Matrix</b>	<b>Eutectic Si</b>	<b><math>\text{Al}_2\text{O}_3</math> short fibres</b>
Young's modulus, GPA	70	150	300
Poisson's ratio	0,3	0,215	0,2

The influence of heat treatment on the microstructure and on the mechanical properties was addressed in order to evaluate the contribution of Si bridges between  $\text{Al}_2\text{O}_3$  fibres (only in As-Cast condition) [9]. In particular, some samples were

subjected to solution treatment at 500 °C. Thermal treatments were carried out at the installations of CENIM-CSIC, Madrid, in an oven with constant temperature 500°C for different times: 20min, 1 hour and 4 hours. The nomenclature for materials is specified in Table 3.3.

Table 3.3 - Specification and nomenclature of materials.

<b>Nomenclature</b>	<b>Specification of material</b>
(I) AC	AlSi12CuMgNi+15%vol Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> as cast
(I) TT	AlSi12CuMgNi+15%vol Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> thermal treated
(II) AC	AlSi12CuMgNi+7%vol Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +15% SiC as cast
(II) TT	AlSi12CuMgNi+7%vol Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +15% SiC thermal treated

### 3.2.Synchrotron tomography

Synchrotron tomography was aimed at studying the microstructural features in 3D, including volume fraction of each phase, porosity and defects, as well as changes in microstructure after heat treatment and/or mechanical tests. The measurements were performed in the BAMline located at the synchrotron BESSY II (Hemholz Zentrum Berlin, HZB, Germany). The main optical elements in the BAMline are a Si-double-multilayer-monochromator (DMM) and a Si-double-crystal-monochromator (DMC). The assembly of monochromators is shown in Fig. 3.2.

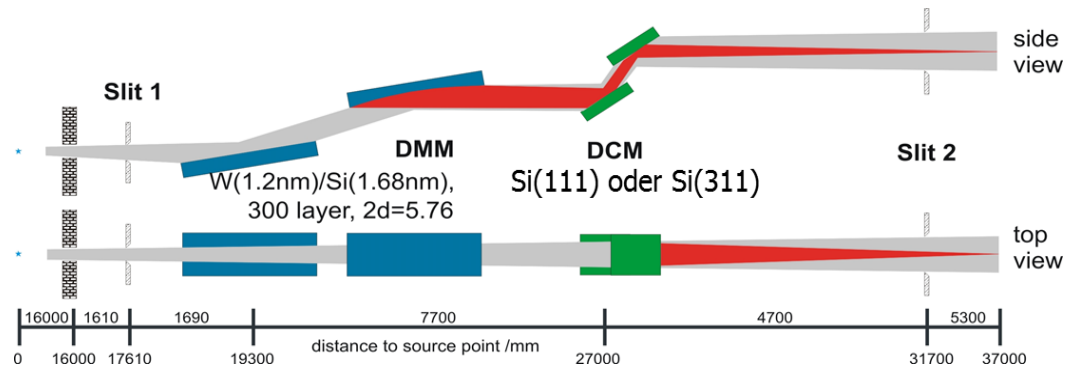


Figure 3.2- System of monochromators in synchrotron beamline [19].

Monochromators can be used separately or in-line. By changing the angle of monochromators (DMM, DMC) different energies can be selected. BAMline provides the energy range from 5 keV to 90 keV. The CT set up has a stage for alignment and rotation of samples and objectives with 2x, 4x and 10x-focus, which defines the voxel size. For accurate measurements, proper alignment of the sample in the 3 axes as well as source-sample and sample-detector distances (focusing) should be performed prior to measurement. Then, experimental parameters could be set. Further measurements of dark field (without beam) and flat field (with beam, but without sample) are also taken in order to correct later spurious signals.

The characterisation of the different materials were planned as following:

- 1) Microstructural characterisation of AC and TT composites: volume fractions, morphology, orientation, and possible fabrication defects.
- 2) Damage characterisation of samples after compression with different orientation of fibres (with respect to the load): fragmentation and/or bending of fibres, de-bonding, and cracks.

Table 3.4 summarizes the experimental parameters used for both experiments.

Table 3.4 - Parameters of the synchrotron experiments.

Parameter	AC and TT	after compression
Energy	30 keV	25 keV

Number of projections (180° turn)	3000	2400
Exposure time	3 sec	3 sec
Distance (sample-detector)	30	30
Voxel size	0,44 $\mu\text{m}$	0,44 $\mu\text{m}$

---

The reconstruction of a 3D volume of a sample from 2D projections comprehended dark and flat field corrections, and contrast phase analysis with ANKAphase software [13]. Flat field correction were performed in order to correct X-ray beam intensity, which could suffer minimal shifts during acquisition, but indeed affect the reconstruction. Ten acquisitions without sample after each hundred acquisition with sample were taken. The reconstructed  $\mu$ -CT volumes had a final size  $4008 \times 4008 \times 2672$  voxels, with a voxel size  $(0,44 \times 0,44 \times 0,44) \mu\text{m}^3$ .

AvizoFire is an advanced 3D analysis software application for investigating of materials structures and properties. AvizoFire software was used for threshold segmentation of each phase as well as for visualization [27].

### **3.3.Mechanical characterisation**

#### **3.3.1. Compression test**

The macro mechanical behaviour of the materials was evaluated through compression tests at room temperature and at a strain rate of  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  in a universal Instron equipment with a load cell of 10kN (CENIM-CSIC, Madrid). Cylindrical samples with length of 8 mm and a diameter of 4 mm were machined by electro erosion and turned, considering the orientation of the fibres parallel or perpendicular to the axis.

Fig. 3.3 shows the sample schematically with the plane of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  fibres and the axis nomenclature used in this investigation. The tests were run until failure on two samples for each material. Some additional tests were stopped at similar strain.



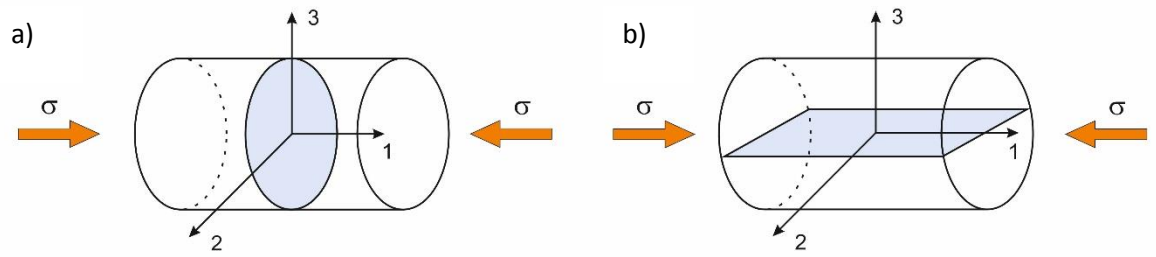


Figure 3.3 – Cylindrical samples with plane of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ : a) perpendicular to the longitudinal axis of the sample (HK), b) parallel to the longitudinal axis of the sample (FL).

### 3.3.2. Residual stress characterisation

#### 3.3.2.1. E3 beamline

Residual stress study of materials AC and TT by means of neutron diffraction was performed at the beamline E3 at the neutron reactor BER II (Hemholz Zentrum Berlin). The diffractometer E3 is designed for strain analysis for simple geometric samples. The diffractometer itself consists of two omega circles ( $\Omega$  and  $2\Theta$ ) with a diameter of 800 mm and upon a translation table (xyz-direction) for sample positioning in vertical and horizontal directions. The scheme of the equipment at the E3 is shown in Fig. 3.4.

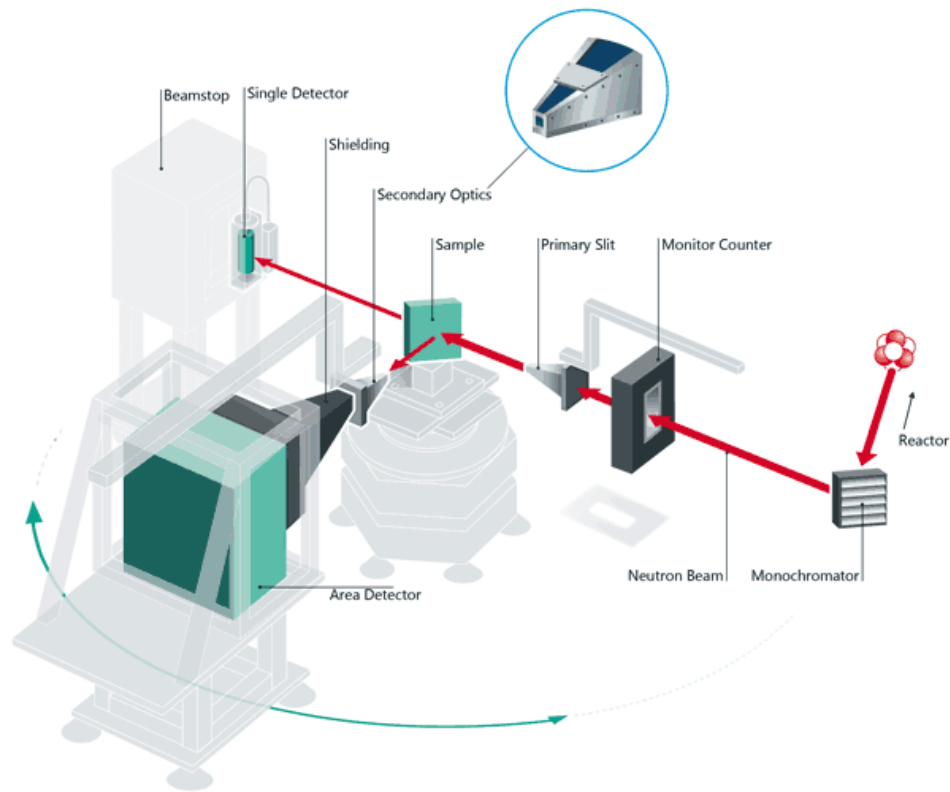


Figure 3.4- Scheme of the equipment at the E3.

At the E3 beamline monochromatic neutrons with wavelength  $\lambda=1,476 \text{ \AA}$  are used. The measured gauge volume within the sample, defined by the incident beam and the path sample to detector, could be adjusted horizontally and vertically by a computer-controlled variable primary slit of the beam.

### 3.3.2.2. In-situ compression test

The load partition characterisation in composite materials has a high interest in order to evaluate the contributions and stress-states of the different phases in the material during loading.

Cylindrical samples with length of 12 mm and a diameter of 6 mm were machined for the compression tests with the plane of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  fibres parallel and perpendicular to the longitudinal axis of the samples. Loose powders were not available therefore  $d_0$  reference could not be measured. Principal stress differences and the von Misses equivalent stress were calculated.

The specimens were compressed using the load frame available on E3 with a load cell of 50kN, measuring principal strains in axial and radial directions (considering the cylindrical symmetry of the samples) by rotating the load rig 90° in the vertical plane containing the scattering vector [28]. Set up of rig and sample is presented in Fig. 3.5.

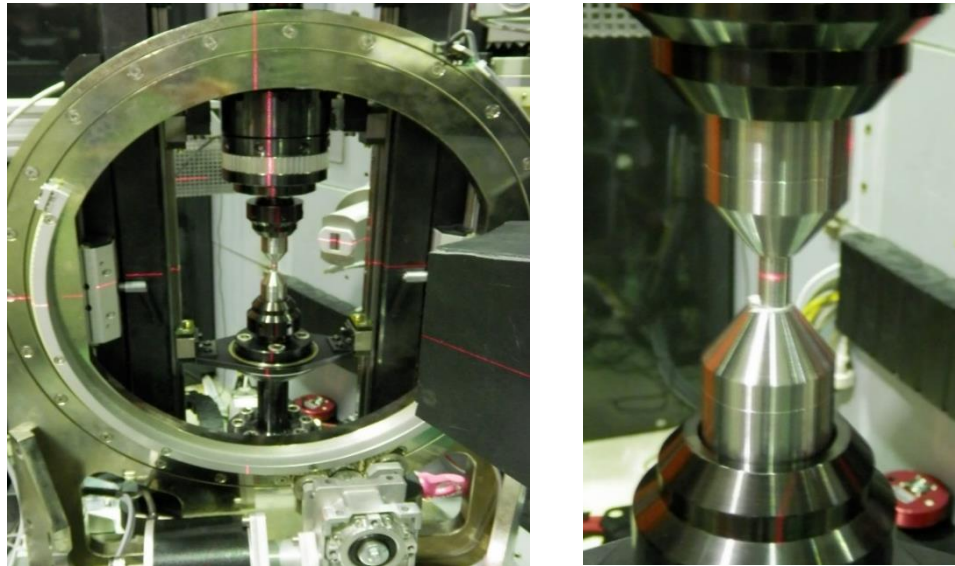


Figure 3.5 – Compression rig and sample in vertical position.

A gauge volume of  $6 \times 3 \times 2 \text{ mm}^3$  was defined by primary slit and collimator. Volume lattice strain measurements were determined by means of the evolution of the position of peaks:  $\{311\}$  Al and  $\{422\}$  Si. Correspondent detector positions for those peaks were  $2\theta=74^\circ$  for Al and  $2\theta=83^\circ$  for Si. The acquisition time for the aluminium peak was 5 min and for the Si peak was 90 min. The diffraction peaks were fitted with a Gaussian function using the software StressTexCalculator provided at E3. The diffraction peak of the alumina short fibres could not be determined due to their nanocrystalline structure, which makes them amorphous to diffraction. However their behaviour was obtained from the global stress balance condition considering the other phases.

The load was applied in the direction of axis 1 and diffraction peaks were measured for each loading step (Fig. 3.6).

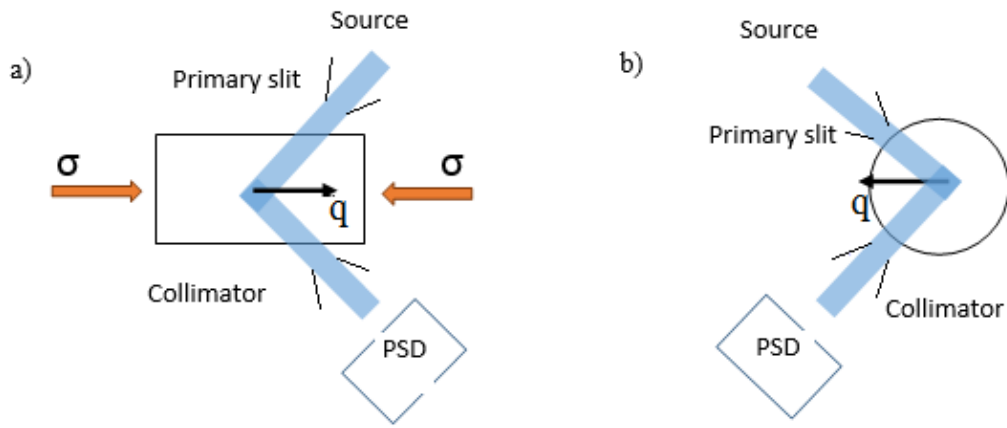


Figure 3.6 – Graph of the diffraction geometries for: a) the axial strain measurement and b) radial strain measurement. The scattering vector  $q$  is indicated (PSD: position-sensitive detector).

In the case of the samples with alumina fibres plane perpendicular to the load (HK), only one sample per orientation was measured because both radial vectors are similar -within the fibres plane. In comparison, samples cut with fibre plane parallel to the load (FL) needed to be characterised in two orientations:

- 1) in-plane, with scattering vector inside the fibres plane (Fig. 3.3b-axis 2);
- 2) out-of-plane, with scattering vector transversal to the fibre plane (Fig. 3.3b-axis 3).

Load steps were selected based on previous macro mechanical characterisation. We considered a first reference point with a small preload, two points within the elastic regime and two-three points in the plastic. However, since samples showed some heterogeneity during macro compression tests, and plastic behaviour was a main target for these measurements, no points during unloading were performed and tests were run until failure.

### 3.3.2.3. Uncertainty estimation

Uncertainty of neutron diffraction measurements was estimated as follows. According to Bragg's law two types of error should be considered: uncertainty of

neutron beam wavelength and of peak position. At E3, the wavelength error could be neglected. StressTexCalculator yields the error in determination of peak position.

For lattice spacing calculation error was determined by using following equations:

$$d = \frac{\lambda}{2 \sin(\theta)} \quad (\text{Eq. 8})$$

$$\delta d = \frac{\lambda \cot(\theta)}{2 \sin(\theta)} \delta \theta \quad (\text{Eq. 9})$$

where  $d$  –lattice spacing;  $\theta$  –measured peak position;  $\lambda$  –wavelength.

In case of principal stresses differences calculation error propagation is:

$$\sigma_i - \sigma_j = -\frac{E}{1+\nu} (\theta_i - \theta_j) \cot(\theta) \quad (\text{Eq. 10})$$

$$\delta(\sigma_i - \sigma_j) = \sqrt{\left( \left( \frac{d(\sigma_i - \sigma_j)}{d\theta_i} \right)^2 \delta\theta_i^2 + \left( \frac{d(\sigma_i - \sigma_j)}{d\theta_j} \right)^2 \delta\theta_j^2 \right)} \quad (\text{Eq. 11})$$

where  $\sigma_i, \sigma_j$  –principal stresses in different directions;  $E$ -Young's modulus;  $\nu$ -Poisson's ratio;  $\theta_i, \theta_j$  –peak position for different directions.